

VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ
BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY



FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ
ÚSTAV MATERIÁLOVÝCH VĚD A INŽENÝRSTVÍ

FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
INSTITUTE OF MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING

VYUŽITÍ TECHNIKY ORIENTOVANÝCH FÓLIÍ V TEM

APPLICATION OF TECHNIQUE OF ORIENTED FOILS IN TEM

DIPLOMOVÁ PRÁCE
MASTER'S THESIS

AUTOR PRÁCE
AUTHOR

Bc. PETR BUČEK

VEDOUCÍ PRÁCE
SUPERVISOR

Ing. Martin Petrenec, Ph.D.

BRNO 2009

Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství

Ústav materiálových věd a inženýrství

Akademický rok: 2008/2009

ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

student(ka): Bc. Petr Buček

který/která studuje v **magisterském navazujícím studijním programu**

obor: **Materiálové inženýrství (3911T011)**

Ředitel ústavu Vám v souladu se zákonem č. 111/1998 o vysokých školách a se Studijním a zkušebním řádem VUT v Brně určuje následující téma diplomové práce:

Využití techniky orientovaných fólií v TEM

v anglickém jazyce:

Application of Technique of Oriented Foils in TEM

Stručná charakteristika problematiky úkolu:

Vnitřní strukturu materiálu lze nejlépe pozorovat pomocí transmisního elektronového mikroskopu (TEM) na tenkých kovových fóliích. Tato vnitřní struktura, především dislokační, vzniká po cyklickém zatěžování díky generaci, pohybu a interakci dislokací, vytváří specifické uspořádání v závislosti na amplitudě zatížení a orientaci jednotlivých zrn vůči ose zatěžování. Pro určení prostorového uspořádání dislokačních struktur je potřeba použít techniku orientovaných fólií a současně bodové difrakce včetně Kikuchiho linií. Diplomant bude na řešení diplomové práce spolupracovat s pracovišti ÚFM AVČR a to Nízkocyklové únavy a Struktury fází. Bude pracovat na transmisním elektronovém mikroskopu Philips CM-12.

Cíle diplomové práce:

Analyzovat danou problematiku studiem příslušné literatury zabývající se transmisní elektronovou mikroskopií, dislokačními strukturami po únavě materiálu a aplikovat ji na řešení úkolů:

- a) Podrobně popsat, zdokumentovat a prakticky provést techniku orientovaných fólií na dvou nacyklováných zkušebních tyčích z vysokoteplotních slitin či korozivzdorných ocelí.
- b) Naučit se ovládat transmisní elektronový mikroskop, vyhodnocovat difrakční obrazy a to jak bodový difraktogram, tak i Kikuchiho linie jednotlivých fází.
- c) Stanovit prostorové uspořádání dislokačních struktur, jejich typy pro jednotlivé fáze a amplitudy zatěžování. Současně diskutovat přínos použité techniky orientovaných fólií k interpretaci zjištěných struktur.

Seznam odborné literatury:

- [1] KUOKALA, V.T. : Electron Microscopy II, Transmission Electron Microscopy and Electron Diffraction. Tampere University of Technology, FIN-33101, Tampere, 1996.
- [2] MACEK, K., PILUHAŘ. J.: Metody studia struktury kovů. ČVUT, Praha, 1984.
- [3] OBRTLÍK, K., POLÁK, J., KOMURKA, J.: Dislocation Structures in Polycrystalline Copper Cycled at Low Plastic Strain Amplitudes. Scripta Metallurgica et Materialia, 28, 495–499, 1993.
- [4] BERTEAUX, O., JOUIAD, M., THOMAS, M., HÉNAFF, G.: Intermetallics, 14, 1130-1135, 2006.

Vedoucí diplomové práce: Ing. Martin Petrenec, Ph.D.

Termín odevzdání diplomové práce je stanoven časovým plánem akademického roku 2008/2009.

V Brně, dne 19.1.2009

L.S.

prof. RNDr. Jaroslav Cihlář, CSc.
Ředitel ústavu

doc. RNDr. Miroslav Doupovec, CSc.
Děkan fakulty

Abstrakt:

Tato diplomová práce se zabývala využitím metody orientovaných fólií v transmisní elektronové mikroskopii. S použitím této metody byly identifikovány dislokační struktury v obou fázích, pro dvě amplitudy plastické deformace ϵ_{ap} , cyklicky zatěžované polykrystalické austeniticko-feritické korozivzdorné oceli SAF 2507. Byly také určeny osy zatěžování jednotlivých zrn a hodnoty Schmidových faktorů aktivních skluzových systémů. V austenitické fázi byla určena planární struktura pro obě ϵ_{ap} . Ve feritických zrnech se dislokační uspořádání lišila pro dvě pozorované amplitudy ϵ_{ap} . U nižší $\epsilon_{ap}=1 \times 10^{-4}$ se nacházely volné šroubové dislokace a nakupení hranových dislokací zatímco u vyšší $\epsilon_{ap}=2 \times 10^{-3}$ bylo dislokační struktura tvořena směsí žil a stěn. Pozorované dislokační struktury byly diskutovány s cyklickou plastickou odezvou duplexní oceli.

Abstract:

The master's thesis is focused on the application of the technique of oriented foils in transmission electron microscopy. Dislocation structures were identified by this technique in both phases of polycrystalline austenitic-ferritic stainless steel SAF 2507 formed during low cycle fatigue at two plastic strain amplitudes ϵ_{ap} . In individual grains the stress axis and the Schmid factors of active slip systems were determined. In austenitic grains, the planar structures were determined at both ϵ_{ap} . In ferritic grains, the dislocation arrangement was different for the two observed ϵ_{ap} . Individual screw dislocations and pile-up's of edge dislocations were found at low $\epsilon_{ap} = 1 \times 10^{-4}$. Mixture of vein and wall dislocation structures were formed at high $\epsilon_{ap} = 2 \times 10^{-3}$. Observed dislocation structures were discussed in relation with the cyclic plastic response of the duplex stainless steel.

Klíčová slova: dislokační struktury, duplexní korozivzdorná ocel, TEM, nízkocyklová únava

Klíčová slova ENG: dislocation structures, duplex stainless steel, TEM, low-cycle fatigue

Bibliografická citace VŠKP dle ČSN ISO 690:

BUČEK, P. *Využití techniky orientovaných fólií v TEM*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2009. 50 s. Vedoucí diplomové práce Ing. Martin Petrenec, Ph.D.

Prohlašuji, že jsem celou diplomovou práci vypracoval samostatně pod vedením
Ing. Martina Petrence, Ph.D.

V Brně dne 29. května 2009

Bc. Petr Buček

Na tomto místě bych chtěl poděkovat vedoucímu mé diplomové práce panu Ing. Martinu Petrencovi, Ph.D. za jeho cenné rady a připomínky k mé práci, jeho vstřícnost a trpělivost se kterou zodpovídal mé dotazy.

Děkuji prof. Mgr. Tomáši Krumlovi, CSc. že mi dal k dispozici jeho program Temsoft, který byl využit při vyhodnocování snímků z TEM.

Rád bych také poděkoval mé rodině, která mi byla velkou oporou po celou dobu studia a při dokončování této práce.

Obsah

1. Úvod	1
2. Cíle práce	2
3. Teoretická část	3
3.1 Charakteristika únavového procesu	3
3.2 Cyklická plastická odezva materiálů	8
3.1.1 Hysterezní smyčka	8
3.1.2 Křivky cyklického zpevnění-změkčení	9
3.1.3 Cyklická křivka napětí-deformace	9
3.3 Dislokační struktury po cyklickém zatěžování	10
3.1.4.4 Obecné vlastnosti dislokací	11
3.1.4.5 Dislokační struktura kovů s mřížkou f.c.c.	14
3.1.4.6 Dislokační struktura kovů s mřížkou b.c.c.	19
3.1.4.7 Dislokační struktura duplexních ocelí	20
3.4 Transmisní elektronová mikroskopie (TEM)	21
3.4.1 Popis TEMu	21
3.4.2 Vznik obrazu a kontrast na poruchách krystalové mříže	24
3.4.3 Difrakce (bodová, Kikuchiho linie)	28
4. Experimentální část	30
4.1 Zkoumaný materiál	30
4.2 Zkušební tělesa a únavové zkoušky	31
4.3 Příprava vzorků pro TEM	32
4.4 Metoda orientovaných fólií	34
5. Výsledky	42
5.1 Austenitická zrna	42
5.2 Feritická zrna	44
6. Diskuze výsledků	46
6.1 Metoda orientovaných fólií	46
6.2 Dislokační uspořádání duplexních ocelí	46
6.3 Souvislost dislokačních struktur s křivkami cyklického zpevnění-změkčení	47
7. Závěr	48
8. Seznam použitých zdrojů	49
Seznam příloh	
Přílohy	

1. Úvod

Při volbě materiálu pro součást, stroj, nebo konstrukci je důležité znát vlastnosti materiálu. Tyto vlastnosti musí splňovat požadavky konstrukce, aby se zabránilo meznímu stavu. Mezním stavem součásti, stroje nebo konstrukce rozumíme stav, kdy nejsou schopny plnit funkci pro kterou byly určeny. Nemusí se vždy jednat o lom. V dnešní době již nestačí znát monotónní charakteristiky jako např. mez pevnosti nebo mez kluzu daného materiálu, ale je potřeba stanovit i cyklické charakteristiky, mez únavy, cyklická mez kluzu a další. Vlastnosti materiálu je možné ovlivnit i během jeho zpracování použitím vhodné technologie, např. tvářením.

Jeden z nejdůležitějších mezních stavů strojních součástí a konstrukcí je únavový lom. V současnosti nejsou konstrukce ani součásti navrhovány na neomezenou životnost. Důležitou roli zde sehrává ekonomika. Ale ne vždy je to hlavní důvod k návrhu konstrukce na omezenou životnost. Např. v letectví, kde konstrukce musí být lehká a musí vydržet stanovený počet provozních hodin. Proto má význam studovat mechanismus únavového procesu.

Vlivem cyklického zatěžování dochází v materiálu ke změnám jeho mechanických vlastností, které v souřadnicích napětí-deformace zachycuje mechanická hysterezní smyčka. Většinou je využíváno informací o amplitudě napětí a deformaci určených z hysterezních smyček, které se využívají ke konstrukci únavových křivek života a cyklických deformačních křivek. Tyto smyčky nesou ještě další informace, které přímo souvisí s vnitřní strukturou materiálu a s mechanismem cyklické plastické deformace. Cyklická plastická deformace je způsobena nejen pohybem dislokací, ale také jejich vzájemnými interakcemi a výsledným dislokačním uspořádáním. Pro studium dislokačních struktur se používá transmisní elektronový mikroskop.

Tato práce je zaměřena studium dislokačních struktur duplexní oceli pomocí metody orientovaných fólií.

2. Cíle práce

Cílem této práce je analyzovat danou problematiku studiem příslušné literatury zabývající se transmisní elektronovou mikroskopií, dislokačními strukturami po únavě materiálu a aplikovat ji na řešení těchto úkolů:

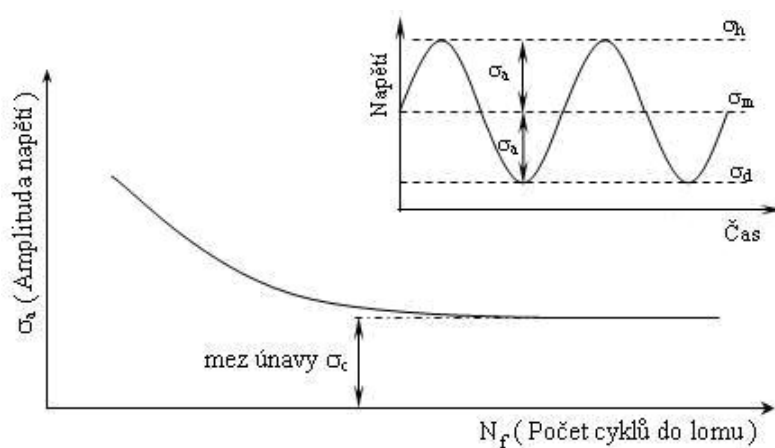
- a) Podrobně popsat, zdokumentovat a prakticky provést techniku orientovaných fólií na dvou nacyklovaných zkušebních tyčích z korozivzdorné dvoufázové oceli SAF 2507.
- b) Naučit se ovládat transmisní elektronový mikroskop, vyhodnocovat difrakční obrazy a to jak bodový difraktogram, tak i Kikuchiho linie jednotlivých fází.
- c) Stanovit prostorové uspořádání dislokačních struktur, jejich typy pro jednotlivé fáze a amplitudy zatěžování. Současně diskutovat přínos použité techniky orientovaných fólií k interpretaci zjištěných struktur.

3. Teoretická část

3.1 Charakteristika únavového procesu

Působením vnějších sil na tělesa vznikají v tělesech napětí. Důsledkem těchto napětí jsou deformace. Deformační a napětový stav tělesa charakterizuje tenzor napětí a deformace. V nejjednodušších případech se jedná o jednoosou napjatost, kdy působí napětí tahové nebo tlakové σ a vzniká deformace ε , nebo působí-li smykové napětí τ vzniká smyková deformace γ . V případě, kdy se napětí σ mění s časem monotónně (roste nebo klesá), jde o monotónní tahové nebo tlakové zatěžování. Pokud se napětí v čase mění střídavě růstem a poklesem, hovoříme o napětí střídavém.

První únavové experimenty uskutečnil železniční inženýr August Wöhler v letech 1852 až 1870. Důvodem bylo praskání os železničních vagonů a parních strojů. Základem jeho experimentů byly únavové zkoušky litin, ocelí a dalších kovů při ohybovém, torzním i osovém zatěžování. Zavedl únavovou charakteristiku tzv. Wöhlerovu křivku, obr.1.



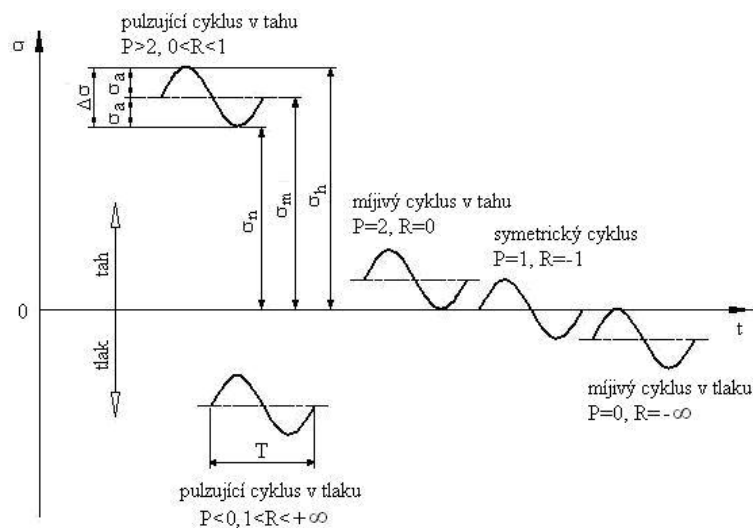
Obr.1-Wöhlerova křivka

Tato křivka udává závislost amplitudy napětí σ_a na počet cyklů do lomu N_f . Amplitudu napětí, při níž nedojde k lomu ani po 10^7 cyklů při harmonickém zatěžování je nazývána mez únavy a značíme ji σ_c .

Wöhler také dokázal, že únavové chování materiálu nezávisí pouze na amplitudě napětí, ale i na hodnotě středního napětí [1].

Klasifikace proměnlivého zatěžování

V praxi jsou stroje a strojní součásti zatěžovány náhodně, proto se průběh zatížení zjednodušuje nejčastěji křivkou podle funkce sinus. Různé typy zátěžných cyklů a jejich charakteristiky jsou na obr.2.



Obr.2-Různé typy zátěžných cyklů a jejich charakteristiky. [1]

Základní charakteristiky zátěžného cyklu:

T ...doba kmitu, nejmenší časový úsek, za který se totožný průběh napětí opakuje,
 f ...frekvence průběhu napětí, počet změn za jednotku času, platí:

$$f = 1/T \quad (1)$$

σ_h ...horní napětí, maximální hodnota cyklického napětí,
 σ_n ...dolní napětí, minimální hodnota cyklického napětí,
 σ_m ...střední napětí, průměrná hodnota horního a dolního napětí
 (statická složka zátěžného cyklu), platí:

$$\sigma_m = \frac{\sigma_h + \sigma_n}{2} \quad (2)$$

σ_a ...amplituda napětí, polovina rozdílu horního a dolního napětí
 (dynamická složka zátěžného cyklu), platí:

$$\sigma_a = \frac{\sigma_h - \sigma_n}{2} \quad (3)$$

Podle velikosti středního napětí se dělí zátěžné cykly na:

- symetrické - hodnota středního napětí je rovna nule,
- asymetrické - hodnota středního napětí je různá od nuly.

Jestliže platí: $\sigma_m > 0$ nalézá se zátěžný cyklus v tahové oblasti,
 $\sigma_m < 0$ nalézá se zátěžný cyklus v tlakové oblasti.

Aby bylo možné posoudit asymetrii cyklu, byly zavedeny parametry asymetrie, P a R [1].

$$P = \sigma_h / \sigma_a, \quad (4)$$

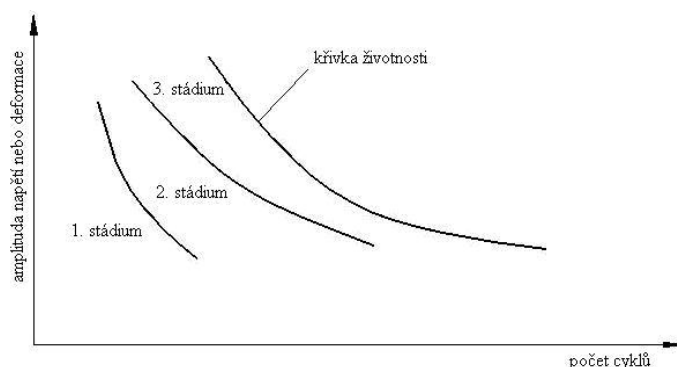
$$R = \sigma_n / \sigma_h. \quad (5)$$

Stádia procesu únavového poškození

Základním a rozhodujícím faktorem procesu únavového poškození je nevratná cyklická plastická deformace. Projevem nevratné cyklické plastické deformace je změna mechanických vlastností v zatěžovaném materiálu. Únavový proces je rozdělen na tři stádia, obr.3.

Neexistují přesné hranice mezi jednotlivými stádii. Poloha křivek jednotlivých stádií je závislá na řadě metalurgických, technologických a provozních parametrů.

1. Stádium změn mechanických vlastností (vývoj dislokační struktury),
2. Stádium vzniku únavových trhlin,
3. Stádium šíření únavových trhlin.

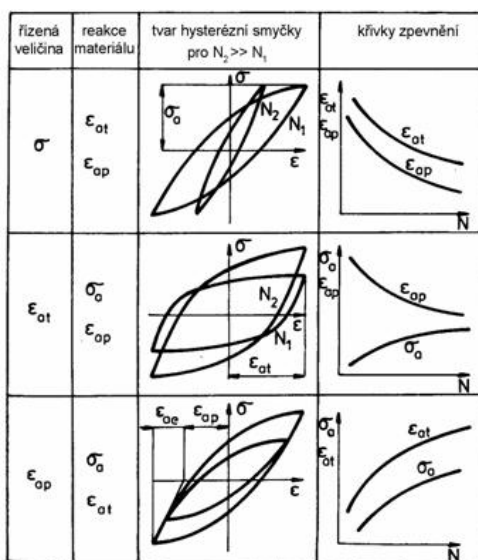


Obr.3-Stádia únavového procesu. [1]

Ad. 1.

Ve stádiu změn mechanických vlastností je makroskopickým projevem tohoto procesu změna tvaru mechanické hysterézní smyčky a dále jej charakterizují křivky cyklického zpevnění-změkčení. Obě tyto křivky budou detailněji popsány níže. Mění se amplituda plastické deformace a amplituda napětí. Změny jsou způsobeny pohybem dislokací, jejich vzájemným působením a jejich vzájemnou anihilací. Postupně se vytvářejí dislokační struktury.

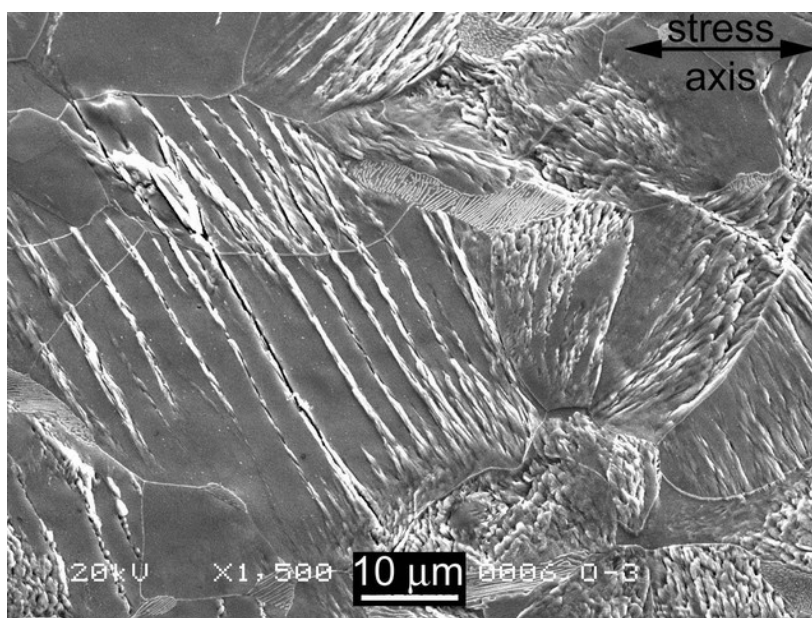
Na obr.3 jsou uvedeny příklady změn tvaru mechanické hysterézní smyčky v závislosti na řízené veličině při zatěžování součásti.



Obr.3-Průběh cyklického zpevnění při volbě zatěžování. [2]

Pokud se zaměříme na řízení amplitudy celkové deformace, pak s rostoucí amplitudou napětí dochází k cyklickému zpevnění materiálu. Pokud amplituda napětí klesá, materiál cyklicky změkčuje. Cyklické změkčení je typické pro materiály technologicky zpevněné. Je to nežádoucí jev. Vyrůstá amplituda cyklické plastické deformace. Příčinou cyklického změkčení je tvorba perzistentních skluzových pásů (PSP), nebo nízkoenergetických konfigurací dislokací. Cyklické zpevnění je typické pro materiály vyžíhané. Jeho příčinou je vytváření stabilní dislokační struktury s vysokou hustotou dislokací [3].

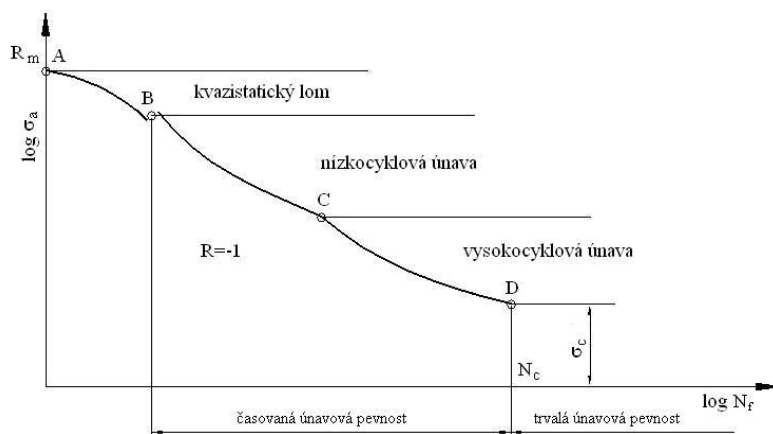
Během stádia změn mechanických vlastností se tedy mění dislokační struktura a s vývojem této struktury souvisí vznik perzistentních skluzových pásů (PSP). PSP mají specifickou dislokační strukturu a nejčastěji leží v rovinách nejvyššího smykového napětí, ve kterých je jejich nejvyšší aktivita. S rostoucím počtem zátěžných cyklů může růst počet skluzových pásů, nebo se PSP zvětšuje. Působením smykového napětí dochází ke skluzu aktivních rovin pásů. Vznikají tak povrchové nerovnosti (intruze a extruze). Intruze může být iniciátorem únavové trhliny, jako je např. na obr.4.



Obr.4. Únavová trhlina iniciovaná z perzistentní skluzové stopy (PSS).

Rozdělení únavového procesu

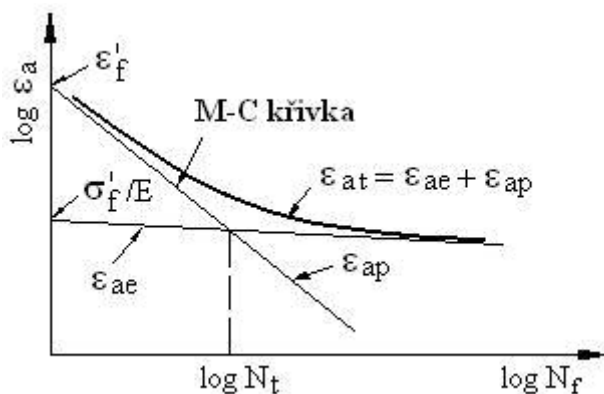
Pro posouzení únavových vlastností slouží nejčastěji Wöhlerova křivka, obr.5. Dělí se na tři oblasti. První je oblast kvazistatické pevnosti. V této oblasti se napětí amplitudy blíží k napětí meze pevnosti a životnost přibližně ke 100 cyklům. Vznikají zde velké plastické deformace. Druhá oblast se nazývá nízkocyklová. Morfologie lomové plochy má již únavový charakter. Poslední oblast je vysokocyklová. Tato oblast je zdola omezena hodnotou meze únavy, vzorek vydrží při této amplitudě napětí neomezený počet cyklů a nedojde k lomu [1].

Obr.5-Schématický průběh křivky životnosti $\sigma_a - N$. [1]

Oblast nízkocyklové únavy

Pro posouzení chování materiálu v nízkocyklové oblasti slouží jako základní charakteristiky Mansonova-Coffinova křivka, obr.6 a Basquinova křivka.

V nízkocyklové oblasti je výhodnější používat Mansonovu-Coffinovu křivku, protože udává závislost mezi amplitudou plastické deformace ε_{ap} a počtem cyklů do lomu, N_f .



Obr.6-Kombinovaná křivka života s Mansonovou-Coffinovou křivkou. [1]

Křivku $\varepsilon_{ap}-N_f$ lze v celém jejím rozsahu aproximovat závislostí:

$$\varepsilon_{ap} = \varepsilon'_f (2N_f)^c \quad (6)$$

Kde: ε'_f ...součinitel únavové tažnosti, extrapolace ε_{ap} na 1. půlcyklus zatížení ($2N_f=1$),

c...exponent únavové tažnosti, sklon přímky v log-log souřadnicích.

Křivku σ_a-N_f je možné aproximovat vztahem:

$$\sigma_a = \sigma'_f (2N_f)^b \quad (7)$$

Kde: σ'_f ...součinitel únavové pevnosti, extrapolace σ_a na 1. půlcyklus zatížení ($2N_f=1$),

b...exponent únavové pevnosti, sklon přímky v log-log souřadnicích.

Vzhledem k tomu, že strojní součásti jsou v kritických místech namáhány tak, že hodnota ε_{at} se blíží ke konstantní hodnotě, je výhodné řídit amplitudu celkové deformace. Manson navrhl princip lineární superpozice. S použitím vzorců (6) a (7) dostaneme:

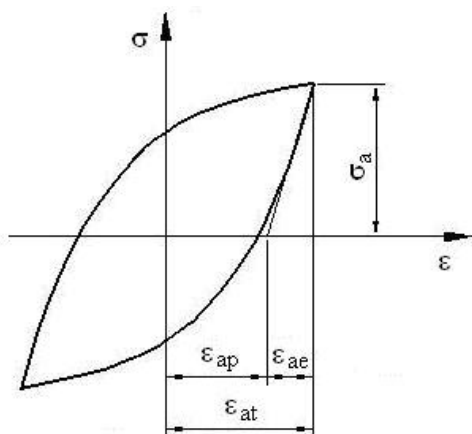
$$\varepsilon_{at} = \varepsilon_{ae} + \varepsilon_{ap} = \frac{\sigma_a}{E} + \varepsilon_{ap} = \frac{\sigma_f'}{E} (2N_f)^b + \varepsilon_f' (2N_f)^c \quad (8)$$

Při malém počtu cyklů převládá plastická složka, při větším počtu cyklů převládá elastická složka.

3.2 Cyklická plastická odezva materiálů

3.1.1 Hysterezní smyčka

Během cyklického zatěžování se v prvním stádiu únavového procesu mění mechanické vlastnosti vzorku, nebo součásti. Tyto změny souvisejí s vývojem dislokační struktury. Odpor materiálu vůči cyklické plastické deformaci roste (cyklické zpevnění) nebo klesá (cyklické změkčení). S počtem cyklů intenzita změn klesá, až do saturovaného stavu, kdy změny zcela ustanou. Nejlépe tyto změny vyjadřuje tvar hysterezní smyčky, obr.7.



Obr.7-Schéma hysterezní smyčky.

Kde: σ_a ...amplituda napětí,
 ε_{at} ...amplituda celkové deformace,
 ε_{ap} ...amplituda plastické deformace,
 ε_{ae} ...amplituda elastické deformace.

Parametry změn mechanických vlastností je možné měřit přímo, za chodu zkušebního stroje. Moderní zkušební zařízení umožňují udržovat v průběhu zatěžování konstantní amplitudu celkové deformace, nebo amplitudu napětí.

Vlivem měnící se konfigurace a hustoty mřížkových poruch dochází ke změně napětově-deformační odezvy. Plocha hysterezní smyčky je rovna energii přeměněné na tepelnou energii (za jeden cyklus). Hysterezní smyčka dokazuje, že energie při zatížení kovu je větší než při jeho odlehčení. Tento jev se v literatuře nazývá tlumení, vnitřní tření, anelasticita, rozptyl energie.

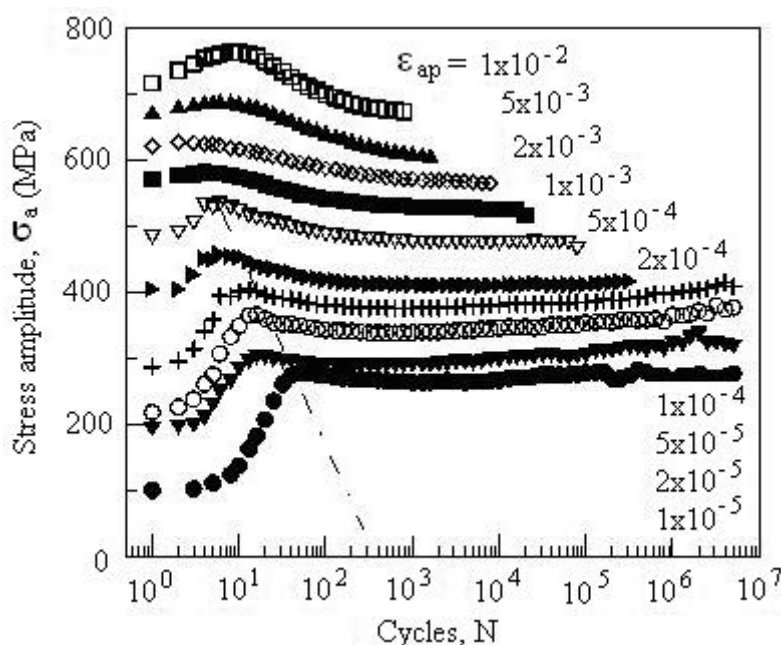
3.1.2 Křivky cyklického zpevnění-změkčení

Nejdůležitější změny v průběhu cyklického zatěžování jsou změna amplitudy deformace a změna amplitudy napětí. Tyto změny charakterizují křivky cyklického zpevnění-změkčení. Podle způsobu cyklického zatěžování to jsou závislosti:

- amplituda napětí na počtu cyklů (při tvrdém zatěžování, konstantní hodnota celkové deformace nebo plastické deformace)
- amplituda deformace na počtu cyklů (při měkkém zatěžování, konstantní hodnota amplitudy napětí)

Pokud jsou doplněny o křivky cyklického creepu, pak se jedná o závislost střední deformace na počtu cyklů [1].

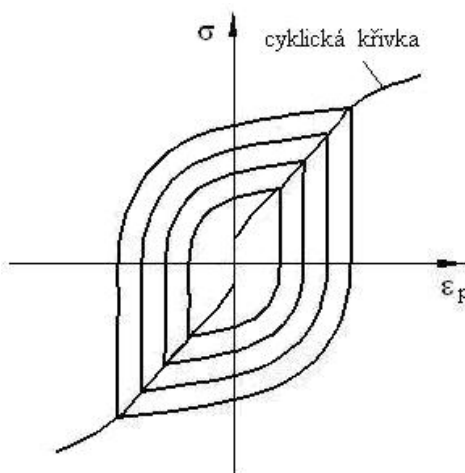
Na obr.8 je křivka cyklického zpevnění-změkčení oceli SAF 2507.



Obr.8-Křivky cyklického zpevnění-změkčení korozivzdorné oceli SAF 2507. [23]

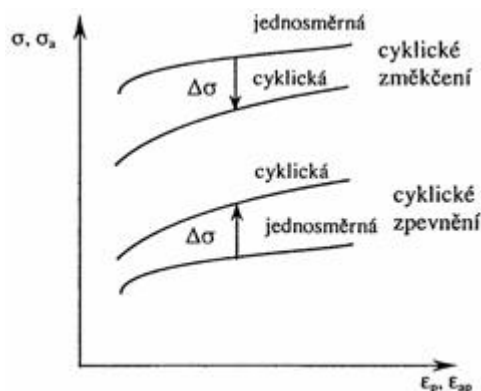
3.1.3 Cyklická křivka napětí-deformace

Po dosažení saturevaného stavu se v průběhu dalšího zatěžování mechanické vlastnosti už výrazně nemění. Pro každou amplitudu napětí se vytvoří odpovídající hysterezi smyčka. Pokud jsou tyto smyčky zakresleny do jednoho diagramu a proloženy vrcholy těchto smyček křivkou, vznikne cyklická křivka napětí-deformace, také nazývaná cyklická deformační křivka (CDK), obr.9.

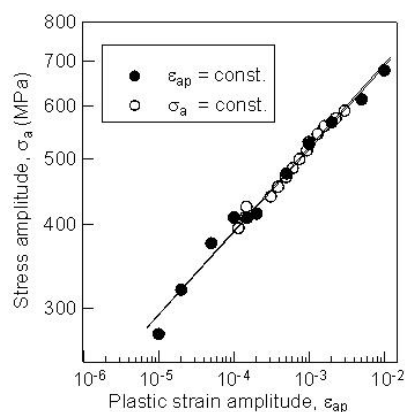


Obr.9- Definice cyklické deformační křivky

Porovnání této křivky s tahovým diagramem určuje zda materiál cyklicky zpevňuje nebo změkčuje. Na obr.10 jsou uvedeny případy, kdy CDK leží pod jednosměrnou křivkou – cyklické změkčení, a kdy leží nad jednosměrnou křivkou – cyklické zpevnění. Příklad skutečné CDK je uvedený na obr.11. Tato CDK je určena dvěma způsoby zatěžování. Černé body znázorňují zkušební tělesa cyklovaná s konstantní amplitudou plastické deformace, bílé body zkušební tělesa cyklovaná s konstantní amplitudou napětí.



Obr.10-CDK a její porovnání s jednosměrnou křivkou.[3]



Obr.11- CDK, ocel SAF 2507. [23]

3.3 Dislokační struktury po cyklickém zatěžování

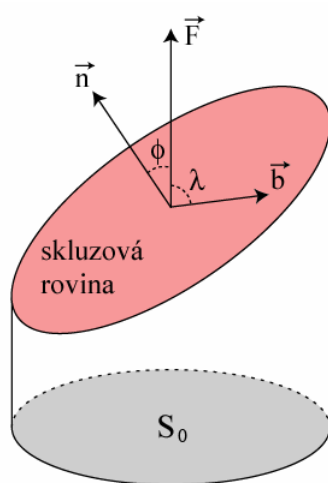
Cyklická plastická deformace je uskutečňována pohybem dislokací. Základní vývoj dislokační struktury je podobný jak u monokrystalů, tak u polykrystalů. Roste hustota dislokací a vytváří se dislokační struktura. Typ dislokační struktury je závislý na druhu materiálu (zejména legující prvky, typ krystalové mříže), historii zatěžování (velikosti amplitudy napětí, teplota a rychlost zatěžování) [4].

3.1.4.4 Obecné vlastnosti dislokací

Pohyb dislokací

Dislokace se může pohybovat skluzem nebo šplháním. Skluz se uskutečňuje po hustě obsazených rovinách, ve směru nejbližších sousedících atomů. Z toho plyne, že pro každý typ mřížky jsou známy roviny a směry, ve kterých se dislokace mohou působením vnějšího napětí pohybovat. Rovina a směr skluzu definují skluzový systém.

Velikost napětí τ , které působí na dislokaci v jejím skluzovém systému a díky němuž se může dislokace pohybovat (je-li dostatečně velké), je průmět vnějšího napětí do roviny a směru skluzu, obr.12. Což je dáno rovnicí $|\vec{\tau}| = m \cdot |\vec{\sigma}|$. Kde $m = \cos \phi \cdot \cos \lambda$ (m se nazývá Schmidův faktor) [5].



Obr.12-Schéma průmětu vnějšího napětí do skluzové roviny [5]

Skluzový systém, ve kterém je nejvyšší m se nazývá primární. Skluzová rovina v tomto primárním skluzovém systému se nazývá primární skluzová rovina. Pohyb šroubové dislokace skluzem po rovině, která není primární je nazýván příčný skluz.

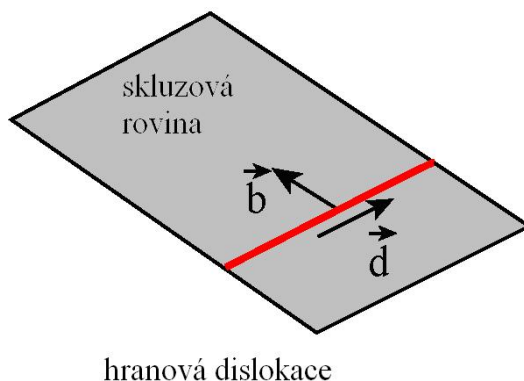
Nejčastější pozorované skluzové systémy pro mřížky bcc, hcp a fcc jsou uvedeny v tab.1.

mřížka	Burgersův vektor	rovina skluzu
fcc	$a/2 \langle 110 \rangle$	$\{111\}$
hcp	$a/3 \langle 11 \bar{2} 0 \rangle$	$\{0001\}$ často i $\{1 \bar{1} 00\}$ nebo $\{1 \bar{1} 01\}$
bcc	$a/2 \langle 111 \rangle$	$\{110\}, \{112\}, \{123\}$

Tab.1-Nejčastější pozorované skluzové systémy. [5]

Skluz dislokací

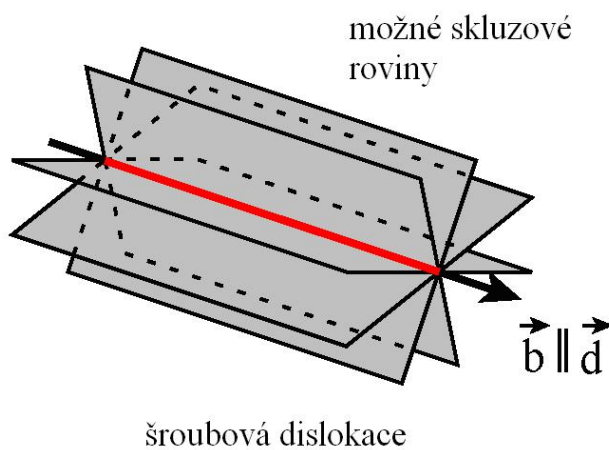
Skluz může být uskutečněn pouze v rovině která obsahuje vektory \vec{b} (Burgersův vektor) a \vec{d} (vektor dislokační čáry), obr.13. K pohybu je třeba přerušení a rekombinace atomových vazeb se sousedními atomy. Přemístění jednotlivých atomů je menší než mřížkový parametr. Rychlost skluzu dislokací je závislá na teplotě a působícím smykovém napětí.



Obr.13-Skluz hranových dislokací. [5]

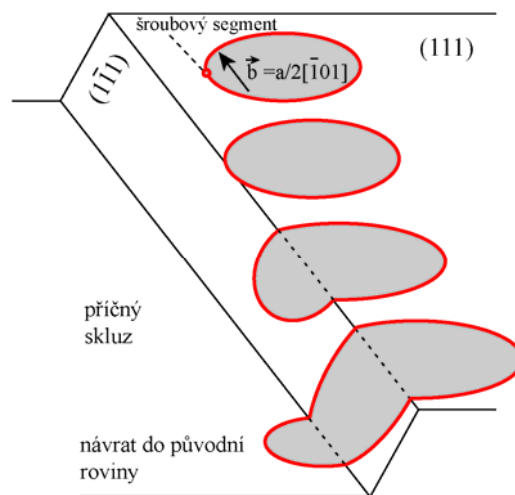
Příčný skluz

Příčný skluz je možný pouze u šroubových dislokací, protože \vec{b} a \vec{d} jsou rovnoběžné, obr.14.



Obr.14- Skluz šroubových dislokací. [5]

Šroubová dislokace tudíž může ke svému pohybu použít kteroukoliv skluzovou rovinu, která protíná osu \vec{b} . Na obr.15 je dislokační smyčka v fcc materiálu s $\vec{b} = a/2[\bar{1}01]$, která se pohybuje po skluzové rovině (111), ta může k příčnému skluzu použít rovinu $(\bar{1}\bar{1}1)$ [5].

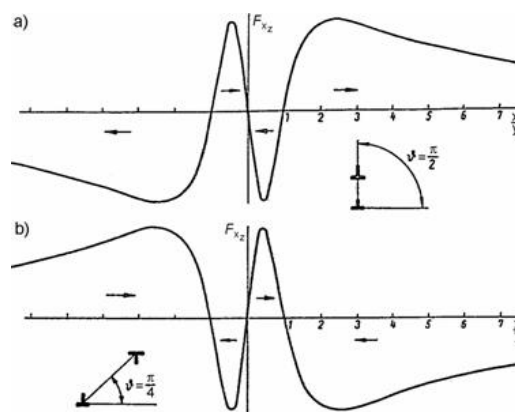


Obr.15-Příčný skluz u fcc mřížky. [5]

Síly mezi dislokacemi

Každá dislokace vytváří ve svém okolí napěťové pole. Pokud působí na dislokaci napěťové pole, potom na dislokaci působí síla. Dvě hranové dislokace které se pohybují po dvou rovnoběžných skluzových rovinách se navzájem ovlivňují poli napětí, které vytvářejí.

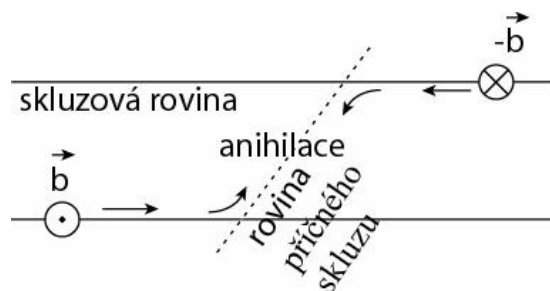
Rozborem napěťového pole, které vzniká složením polí obou dislokací je dokázáno, že existuje taková poloha dislokací, která se vyznačuje minimem energie (obr.16). Tato konfigurace dislokací bývá nazývána dislokační dipól.



Obr.16-Průběh průmětu síly, kterou na sebe působí dvě hranové dislokace a) stejného b) opačného znaménka, do roviny skluzu a konfigurace dislokací s minimem energie. [6]

Dislokace se mohou navzájem přitahovat nebo odpuzovat. Jestliže se dislokace vzájemně přitahují, pak může dojít k jejich anihilaci, obr.17. Musí být splněny tyto podmínky:

- jsou opačného znaménka
- pohybují po vzájemně rovnoběžných skluzových rovinách
- vzdálenost těchto rovin menší než tzv. kritická vzdálenost (tato vzdálenost je různá pro každý typ materiálu a mění se s teplotou)



Obr.17-Schéma anihilace šroubových dislokací příčným skluzem. [2]

Šplh dislokací

Šplh dislokací je možný pouze za zvýšených teplot $T_h > 0,5$. Šplháním se dislokace mohou pohybovat i mimo skluzovou rovinu. Tento pohyb je pomalý, protože šplh dislokací se uskutečňuje difuzí atomů mřížkou.

Chování dislokací při cyklické deformaci

Při cyklickém zatěžování se v počátečním stádiu mění mechanické vlastnosti. S rostoucím počtem cyklů se tyto změny ustálí. Důvodem těchto změn je tvorba dislokační struktury (mění se hustota a uspořádání dislokací).

V menším měřítku se uplatňují také další mechanismy, např. deformací podporovaná martenzitická přeměna [7].

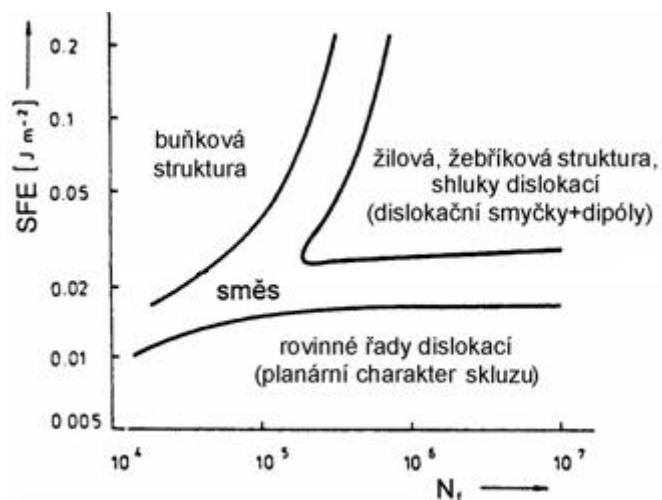
3.1.4.5 Dislokační struktura kovů s mřížkou f.c.c.

Pro kovy s kubickou plošně centrovanou mřížkou (f.c.c.) je možný pouze jeden typ skluzové roviny $\{111\}$ a jeden typ směru skluzu $\langle 110 \rangle$. Typů možných dislokačních struktur u f.c.c. kovů je velké množství. Velmi důležitým faktorem ovlivňujícím dislokační strukturu je energie vrstevné chyby (SFE).

Dle velikosti energie vrstevné chyby jsou rozlišovány kovy:

- a) se snadným příčným skluzem-vlnitý charakter skluzu (nízká SFE),
- b) s obtížným příčným skluzem-planární charakter skluzu (vysoká SFE),
- c) s vlnitým i planárním charakterem skluzu (střední SFE) [4].

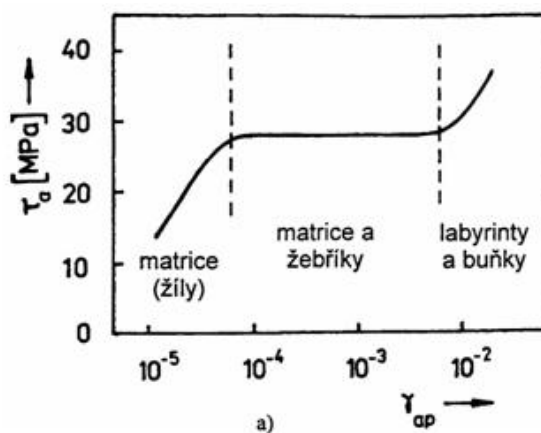
Na obr.18 jsou znázorněny převažující typy dislokačních struktur pro materiály s různou SFE pro dané počty cyklů do lomu.



Obr.18-Převažující typy dislokačních struktur v závislosti na energii vrstevné chyby (snadnost příčného skluzu) na počtu cyklů do lomu. [7]

Kovy se snadným příčným skluzem

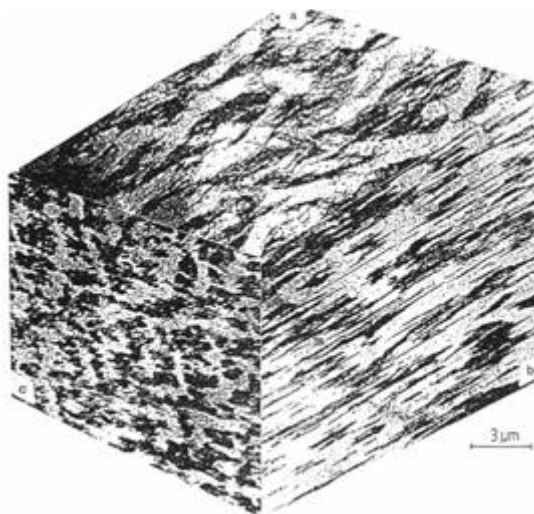
Typickým příkladem kovu se snadným příčným skluzem je Cu. Na typ dislokační struktury, která se vytvoří během cyklování má největší vliv amplituda plastické deformace ϵ_{ap} . Průběh cyklické deformační křivky odpovídá dislokační struktuře, která se vytvoří v průběhu cyklování. Pokud nastane změna tvaru cyklické deformační křivky, pak nastala změna dislokačního uspořádání [7]. Na obr.19 jsou zaznamenány dislokační struktury, které se vyskytují při různých amplitudách smykové plastické deformace.



Obr.19-CDK monokrystalu mědi orientovaného pro jednoduchý skluz. [8]

Žilová struktura

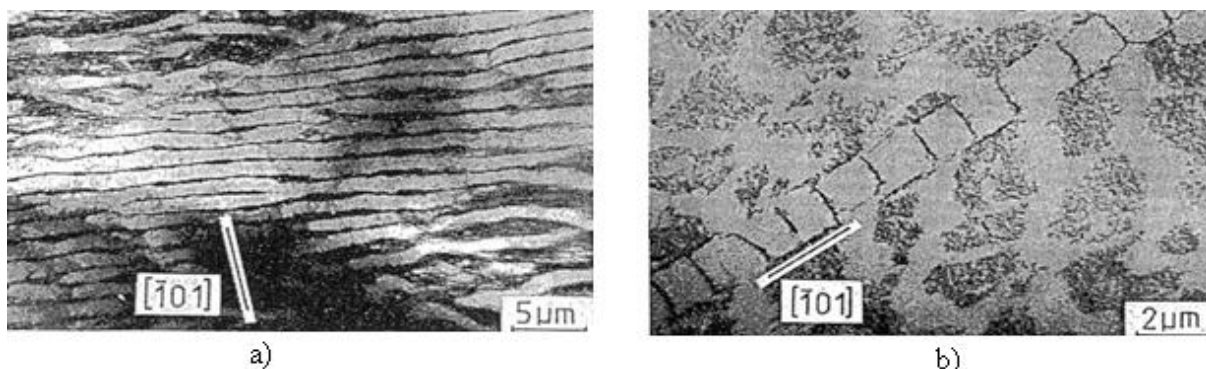
Na obr.20 je zrno s žilovou dislokační strukturou. Toto dislokační uspořádání se vytváří ve vzorku při cyklickém zatěžování s nejnižší ϵ_{apod} [9]. Se vzrůstající ϵ_{ap} se dislokace koncentrují do svazků - žil.



Obr.20-Hypotetické zrno s žilovou strukturou. Řez strukturou je rovnoběžný s rovinou a) (211), b) $(\bar{1}01)$, c) $(\bar{1}21)$. [9]

Žebříková struktura

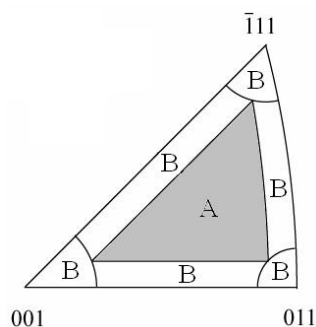
V intervalu amplitudy smykové plastické deformace $\gamma_{ap} < 6 \times 10^{-5}, 7 \times 10^{-3} >$ existují společně dvě odlišné dislokační uspořádání. Jsou to žilová struktura a žebříková struktura. Žebříková struktura se tvoří ve vrstvách protínajících žilovou strukturu rovnoběžně se skluzovou rovinou. Na počátku dochází k rychlému zpevnění, tvoří se svazky primárních hranových dislokačních dipólů. Většina šroubových segmentů anihiluje. Žilová struktura je tvořena těmito svazky. S rostoucím počtem cyklů vzrůstá hustota dislokací. Po dosažení určité hodnoty napětí se žilová struktura stane lokálně nestabilní. Tento proces vede ke vzniku žebříkové struktury [10]. V místech kde žebříková struktura protíná povrch vzniká povrchový reliéf [4]. Na obr.21 můžeme vidět tvar žebříkové struktury. Aby byl možný vznik žebříkové struktury je dostačující jednoduchý skluz. Pokud je aktivních více skluzových systémů, vznikají jiné struktury. Žebříková struktura se objevuje převážně u monokrystalů a v zrnech, která jsou orientována pro jednoduchý skluz.



Obr.21-Žebříková struktura: a) v primární rovině (111), b) v rovině $(\bar{1}21)$. [8]

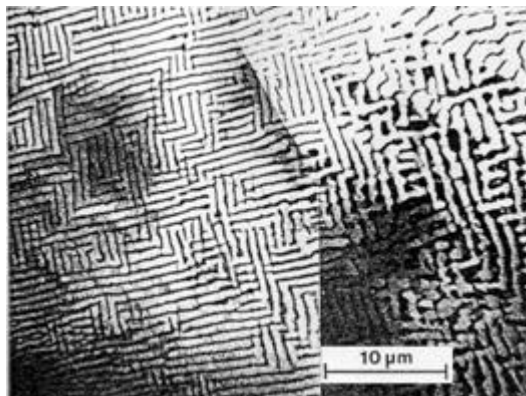
Labyrintová struktura

Ke tvorbě labyrintové struktury je nutné, aby byly aktivní dva skluzové systémy. Při nízké ϵ_{ap} jsou aktivní dva skluzové systémy u zrn orientovaných vzhledem k ose zatěžování na hranici základního stereografického trojúhelníka obr.22.



Obr.22-Základní stereografický trojúhelník. A-jednoduchý skluz, B-vícenásobný skluz.

S rostoucí ϵ_{ap} počet zrn, které mají aktivní i sekundární skluzové systémy. Labyrintovou strukturu tvoří dva vzájemně kolmé systémy stěn, obr.23.



Obr.23-Labyrintová struktura, řez zrnem rovnoběžný s [001]. [11]

Buňková struktura

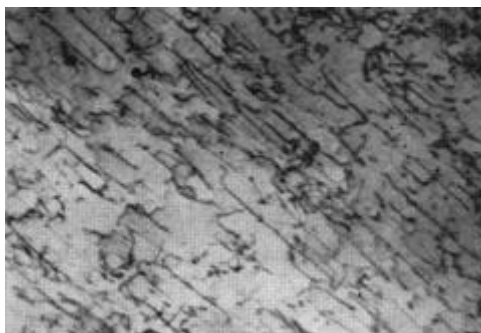
Vyskytuje se při nejvyšších hodnotách ϵ_{ap} . Aktivních je více skluzových systémů. Struktura buněk vypadá ve všech řezech zrnem obdobně (v některých směrech jsou buňky protažené, jako např. na obr.24).



Obr.24-Buňková struktura. [12]

Kovy s obtížným příčným skluzem

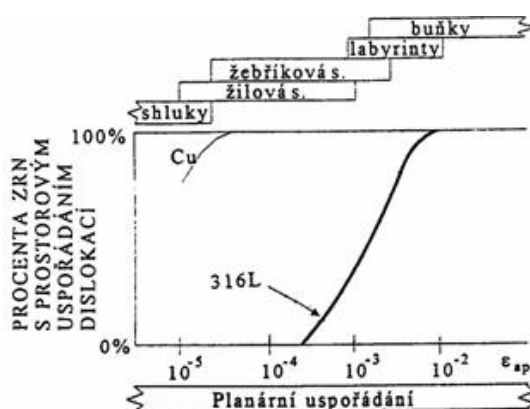
Vznik extruzí je u těchto materiálů méně výrazný než u kovů se snadným příčným skluzem [11]. Nízká hodnota SFE umožňuje dislokacím velké rozštěpení. Rozštěpení je doprovázeno vznikem vrstevné chyby. Vzniklá vrstevná chyba mezi rozštěpenou dislokací ztěžuje příčný skluz. Proto je u materiálů s obtížným příčným skluzem pozorováno pouze planární uspořádání dislokací, obr.25.

Obr.25-Planární dislokační struktura v monokrystalu Cu-Zn 31 % v saturovaném stavu, zvětšení 8000 \times . [2]

V primární rovině skluzu (111) jsou v řadách rozloženy hranové dislokace. Mezi dislokacemi zůstávají široké pásy bez dislokací. S rostoucí ϵ_{ap} se objevují dislokace sekundárních skluzových systémů. Hustota dislokací roste. Změna dislokačního uspořádání nastává pro hodnotu ϵ_{ap} větší než 1×10^{-3} . Pro tyto hodnoty amplitudy plastické deformace se ve vzorcích začínají tvořit perzistentní Lüdersovy pásy, PLP. Počet PLP roste se zvyšující se ϵ_{ap} [11].

Kovy s vlnitým i planárním charakterem skluzu

Příkladem je austenitická ocel 316L. Tyto kovy tvoří planární i prostorově uspořádané struktury. Tvorba struktur je závislá na podmínkách zatěžování, obr.26. A dále na obsahu a typu přísadových intersticiálních prvků, zejména pak dusíku u austenitických ocelí [13]. Důležitý faktor ovlivňující tvorbu struktur je teplota. Obecně lze říci, že s rostoucí teplotou je příčný skluz snadnější a dochází k tvorbě prostorových uspořádání. Za nízkých teplot se tvoří planární struktury. Přechod mezi planárním a prostorovým uspořádáním nebyl doposud dostatečně popsán [4].



Obr.26-Procentuální podíl zrn s prostorovým uspořádáním dislokací v závislosti na ϵ_{ap} polykrystalické mědi a oceli 316L [14]

3.1.4.6 Dislokační struktura kovů s mřížkou b.c.c.

Možné roviny skluzu jsou $\{110\}$, $\{112\}$ a $\{123\}$. Směr skluzu je $\langle 111 \rangle$. Z toho plyne, že možných skluzových systémů je 48. Pokud je skluz uskutečňován převážně skluzovými systémy v rovinách $\{110\}$, je skluzový systémů 12.

Skluz dislokací u kovů s b.c.c. mřížkou je výrazně tepelně závislý. Je rozlišován nízkoteplotní a vysokoteplotní režim.

Vysokoteplotní režim

Byly pozorovány dislokační struktury podobné jako u f.c.c. kovů. Vzhledem ke strukturám u f.c.c. kovů je častější výskyt labyrintové struktury.

Nejvýraznější rozdíl je však při středních hodnotách ϵ_{ap} , kdy stěnová struktura vyplňuje celé zrno.

Nízkoteplotní režim

Dislokační hustota je nízká pro všechny hodnoty ε_{ap} . Za nízkých hodnot ε_{ap} nedochází k tvorbě nějakých specifických dislokačních struktur.

Za vyšších hodnot ε_{ap} se utváří buňková struktura. Dislokační uspořádání je velmi závislé na typu a obsahu substitučních a intersticiálních prvků [4].

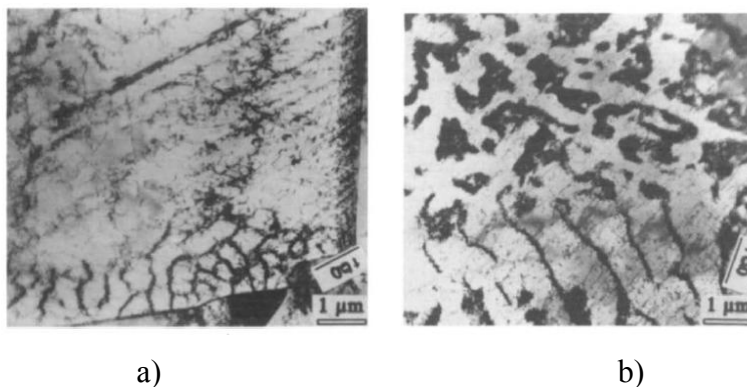
3.1.4.7 Dislokační struktura duplexních ocelí

V pracích [15,16,17,18,19,20] se zabývali dislokační strukturou cyklicky zatěžovaných duplexních ocelí. Všechny uvedené práce se zabývaly vzorky cyklovanými s $\varepsilon_{ap}=1,5 \times 10^{-3}$ a většími hodnotami ε_{ap} .

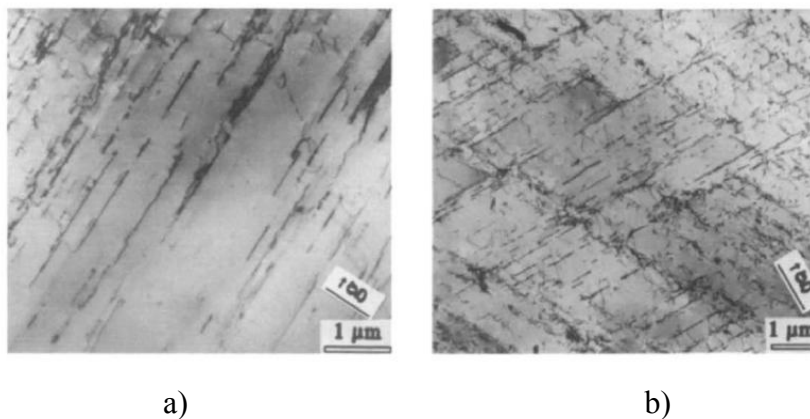
Dislokační struktury v austenitické fázi duplexní oceli s nízkým obsahem dusíku byly pro střední amplitudy plastické deformace ($1,5 \times 10^{-3}$) měly charakteristické planární uspořádání, obr.28 [15]. S rostoucí amplitudou plastické deformace se začínají objevovat stěny při hranicích zrn, obr.27 a), popřípadě počátek buňkové struktury, obr.29 a) [15,20].

Ve feritické fázi v oblasti střední amplitudy plastické deformace byly pozorovány žilové, obr.29 b) [20] struktury a současně i stěnové uspořádání, obr.27 b) [15,20].

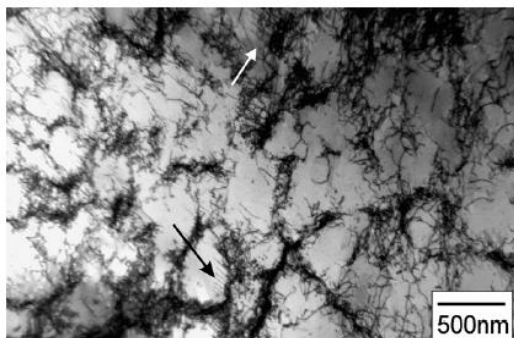
Případné rozdíly v pozorovaných dislokačních strukturách jsou způsobeny především obsahem dusíku v duplexních ocelích. Jak vyplývá z práce [20] větší koncentrace dusíku způsobuje posun ve vývoji dislokačních struktur k vyšším amplitudám plastické deformace.



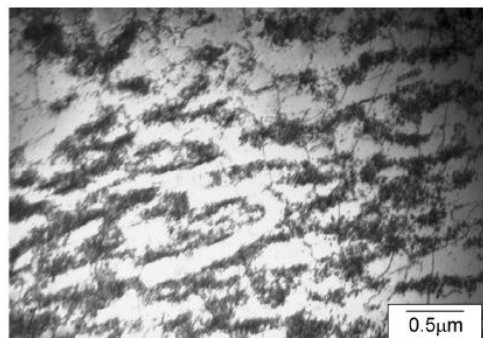
Obr.27-Dislokační struktura a) v zrně austenitu, $\varepsilon_{aps}=4,5 \times 10^{-3}$, b) v zrně feritu, $\varepsilon_{aps}=4,5 \times 10^{-3}$, ocel DIN X2CuNiMoN 22-5, 0,11 hm% N. [15]



Obr.28-Dislokační struktura v zrně austenitu, $\varepsilon_{aps}=1,5 \times 10^{-3}$, a) jeden aktivní skluzový systém, b) dva aktivní skluzové systémy, ocel DIN X2CuNiMoN 22-5, 0,11 hm% N. [15]



a)



b)

Obr.29-Dislokační struktura a) v zrna austenitu, $\epsilon_p = 6 \times 10^{-3}$, b) v zrna feritu, $\epsilon_p = 1,5 \times 10^{-3}$, ocel SAF ²⁵⁰⁷, 0,27 hm% N.[20]

3.4 Transmisní elektronová mikroskopie (TEM)

3.4.1 Popis TEMu

Transmisní elektronový mikroskop obr.30 používá ke zobrazování svazek elektronů. Pokud roste urychlovací napětí elektronů U , potom klesá jejich vlnová délka λ podle vztahu:

$$\lambda = \frac{1,2261}{\sqrt{U}} \quad (9)$$

S klesající vlnovou délkou se zlepšuje rozlišovací schopnost TEMu [21].

Použitím elektronové mikroskopie v oblasti studia kovů je možno na vzorcích pozorovat strukturu vzorku, dislokační struktury, dále je možno provést difrakci k identifikaci fází a pokud je v TEM implementováno některé ze zařízení pro analýzu struktury, pak také analyzovat chemické složení. Typy vzorků pro pozorování v TEM můžou být repliky, fólie nebo filmy.



Obr.30-Transmisní elektronový mikroskop firmy Philips, CM-12.

Popis mikroskopu

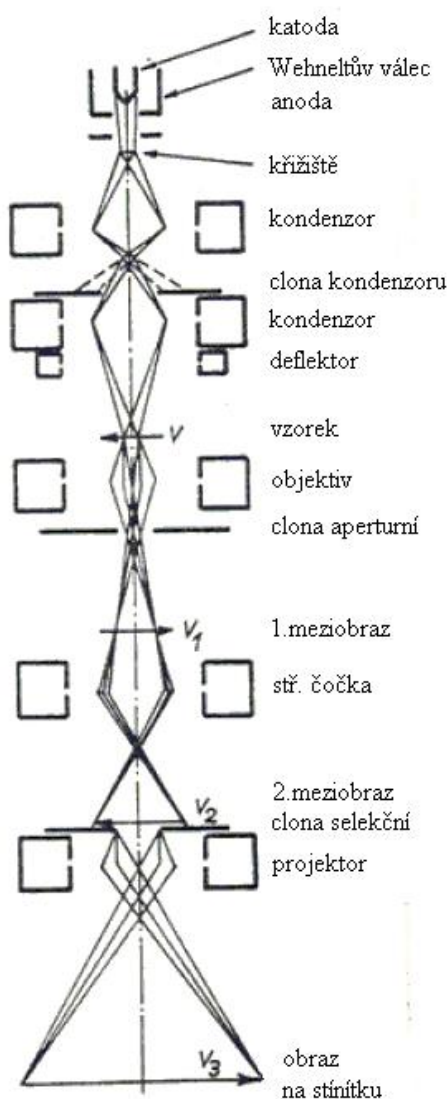
Transmisní elektronový mikroskop je složen ze tří hlavních celků.

- Jsou to: a) elektronově-optická soustava,
 b) zdroj stabilizovaného urychlujícího napětí a sytícího proudu elektromagnetických čoček, včetně dalšího elektrického zařízení,
 c) vakuový systém.

Elektronově optická soustava

Je složena z osvětlovací a ze zobrazovací části. V osvětlovací části je zdroj elektronů a kondenzory, ve zobrazovací části je objektiv a projekční soustava čoček.

Schéma elektronově-optické soustavy je na obr.31.



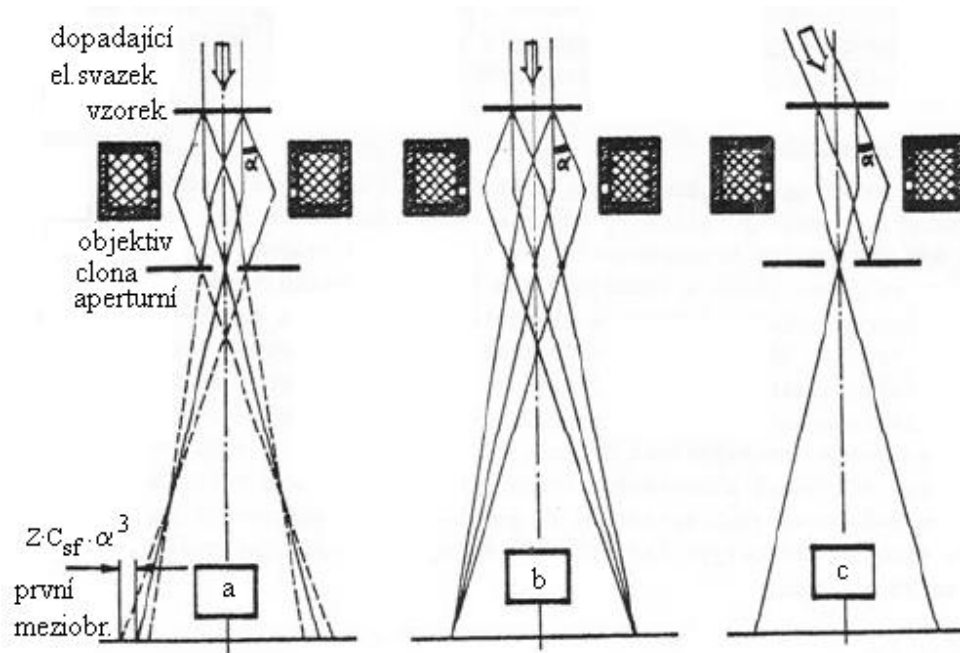
Obr.31-Schéma optické soustavy elektronového mikroskopu a šíření elektronového svazku při tvorbě obrazu.
 [22]

Zdroj elektronů je tvořen katodou. Elektrony procházejí otvorem ve Wehneltově válci. Tam jsou urychlovány rozdílem potenciálu katody a anody. Kondenzory fokusují elektronový

svazek na určitý průměr na osvětlovaný povrch vzorku. Pokud jsou kondenzory dva, je možno měnit průměr svazku. Změnou buzení druhého kondenzoru dochází ke změně polohy průmětu křižště nad nebo pod rovinu vzorku. Tímto je měněn otvorový úhel objektivu a velikost osvětlené plochy. Deflektor umožňuje šikmé osvětlení vzorku. Vzorek je umístěn v goniometrickém držáku, jenž umožňuje posuv, otáčení a naklápění vzorku.

Vzorek se umísťuje do tubusu mikroskopu vakuovou propustí. Výměna vzorku je možná i při zapnutém napětí. Průchozí elektronové paprsky (rozptýlené vzorkem) zachycuje objektiv a vytváří zvětšený obraz v předmětové rovině střední čočky. Zaostření obrazu je změnou buzení objektivu. Střední čočka a projektor dále zvětšují obraz, ten je promítán na fluorescenční stínítko. Moderní mikroskopy používají ke zobrazení CCD kameru [22].

Na obr.32 jsou zobrazeny tři způsoby tvorby obrazu průchodem svazku objektivem.



Obr.32-Šíření elektronového svazku v okolí objektivu. (a) při pozorování ve světlém poli, (b) při difrakci, (c) při pozorování v temném poli. [22]

Pozorování ve světlém poli

Střední čočka a projektor jsou zaostřeny na rovinu prvního meziobrazu. Pokud není zasunuta aperturní clona, je obraz tvořen svazkem přímým a také difraktovanými svazky. Obraz není kontrastní ani ostrý.

Zasunutím aperturní clony jsou vyřazeny difraktované svazky, obr.32 a). Otvorový úhel objektivu je zmenšen a je zlepšena ostrost prvního meziobrazu. Oblasti vzorku, které původně silně difraktovaly (bez zasunutí aperturní clony), jsou tmavé. Tento jev je nazýván difrakční kontrast.

Pozorování v temném poli

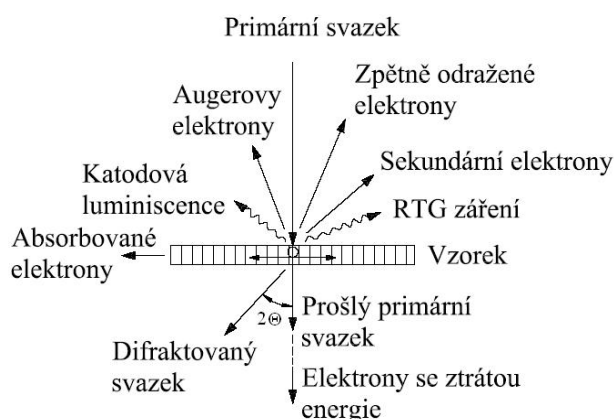
Obraz je vytvářen některým z difraktovaných svazků. Buď je vyosena aperturní clona nebo vykloněn elektronový svazek, obr.32 c). Málo difraktující oblasti vzorku jsou na obraze temné.

Difrakce

Aperturní clona je vysunuta, obr.32 b). Je potřeba zmenšit optickou mohutnost střední čočky tak, že zadní ohnisková rovina objektivu je přenesena na stínítko. Difrakční obraz z velmi malé oblasti je možno dostat, pokud je do roviny prvního meziobrazu zařazena selekční clona [22].

3.4.2 Vznik obrazu a kontrast na poruchách krystalové mříže

Tvorba obrazu v TEM je obdobná jako u transmisního světelného mikroskopu. Je však základní rozdíl ve vzniku jasu obrazu. Zatímco u světelného mikroskopu je jas dán hlavně absorpcí světla, v TEM je jas způsoben především rozptýlením a difrakcí elektronového svazku. Další interakce elektronového svazku se vzorkem jsou na obr.33.



Obr.33-Interakce elektronového svazku se vzorkem.

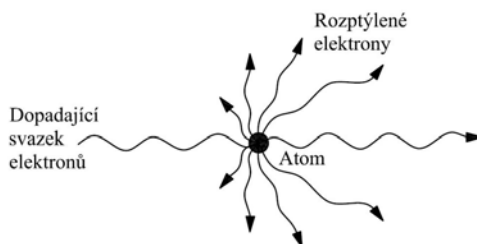
Amorfní vzorky

Průchodem elektronového svazku amorfním vzorkem dochází k jeho částečnému rozptylu. Rozptyl se dělí na pružný a nepružný.

Pružný rozptyl

Průchodem elektronového svazku vzorkem dochází k rozptylu svazku na atomech. K rozptylu dochází ve všech směrech, nejčastěji jsou však elektrony odchýleny pod úhly blízkých nule. Příčinou rozptylu je elektrický náboj elektronů a jejich interakce s jádrem atomu. Nedochozí ke ztrátě energie elektronů.

Na obr.34 je vidět pružný rozptyl na atomu, délka šipky znázorňuje četnost rozptylu v daném směru.



Obr.34-Pružný rozptyl elektronů na atomu. [21]

Nepružný rozptyl a absorpce

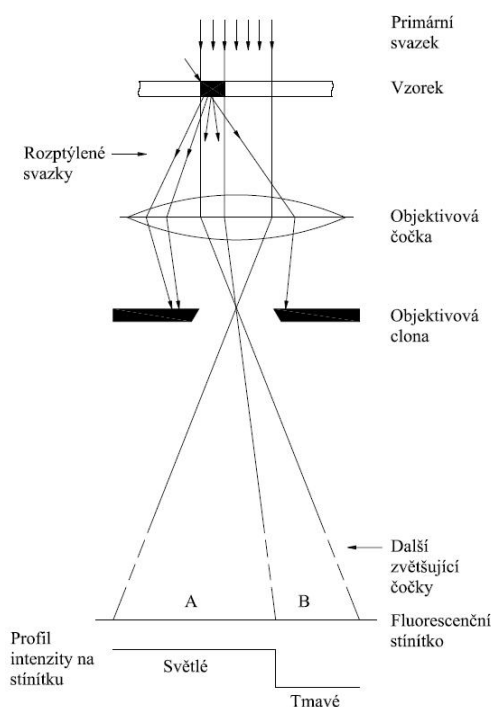
Elektrony můžou přijít o část své energie, potom mluvíme o nepružném rozptylu. Pokud nastane úplná ztráta energie elektronu, potom je elektron absorbován.

Další možností interakce mezi elektronovým svazkem a vzorkem je excitace atomů vzorku, která způsobuje rtg. záření.

Vznik rtg. záření a absorpce elektronů je oproti pružnému a nepružnému rozptylu méně výrazným jevem.

Vliv rozptylu na vznik obrazu je na obr.35.

- vzorek je složen z atomů A s nízkým atomovým číslem Z a z atomů B vměstku s vysokým atomovým číslem Z (černá plocha na obr.35).
- elektrony můžou proniknout oblastí A vzorku se zanedbatelným rozptylem (velká intenzita svazku)
- těžší atomy B vměstku zvyšují rozptyl svazku, některé elektrony svazku jsou zachyceny objektivovou clonou
- rozložení intenzity na fluorescenčním stínítku je způsobeno počtem elektronů které prošly v určitých místech vzorku
- na výsledném obrazu je tedy místo kde se nachází vměstek tmavé, ostatní místa jsou světlá



Obr.35-Tvorba obrazu amorfního vzorku. [21]

Hlavní důvody rostoucího rozptylu:

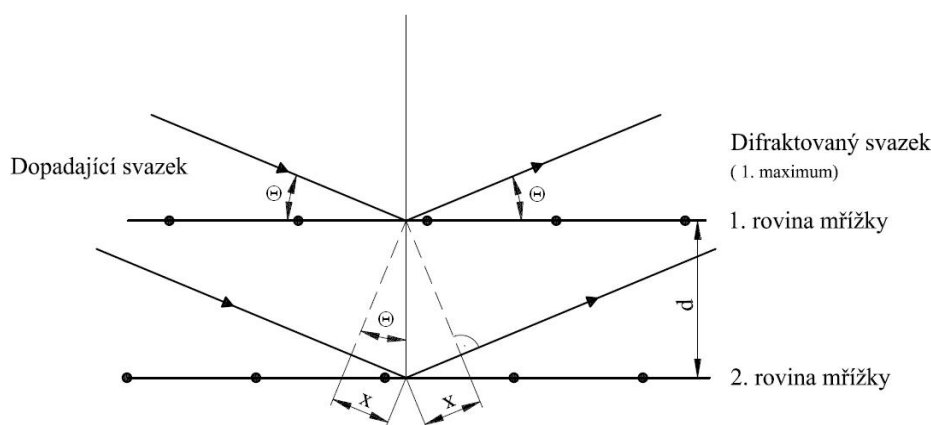
- rostoucí atomové číslo
- rostoucí tloušťka vzorku
- rostoucí hustota atomů vzorku
- klesající úhel apertury
- klesající energie elektronového svazku

Krystalické vzorky

Kontrast v krystalických materiálech je dán typem mřížky jednotlivých fází. V určitých směrech v prostoru je intenzita rozptýlených vln se stejnou vlnovou délkou, ale s rozdílnou fází, závislá na superpozici těchto vln. Maximální konstruktivní interferenci má pouze jedna vlnová délka – Braggova difrakce. Schéma Braggovy difrakce je znázorněno na obr.36 [21].

$$\text{Braggova rovnice: } n\lambda = 2d_{hkl} \sin \theta \quad (10)$$

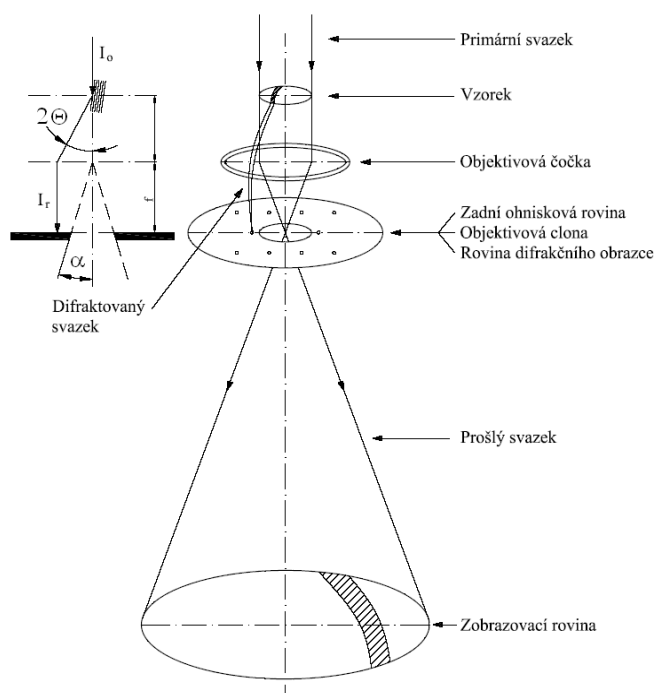
Kde: λ ... vlnová délka,
 d_{hkl} ... mezirovinná vzdálenost,
 θ ... difrakční úhel.



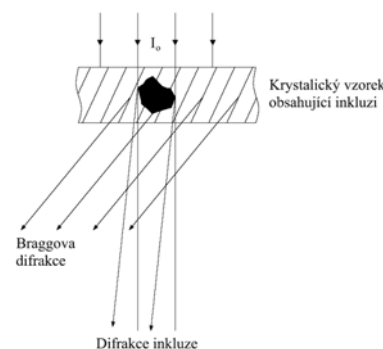
Obr.36-Braggova difrakce.[21]

Braggovým zákonem jsou určeny pouze možné difrakční směry. V některých případech je uspořádání atomů v sousedních rovinách takové, že dochází k negativní interferenci. Potom je intenzita difraktovaného svazku v daném směru nulová. Zakázané reflexe v krystalových mřížkách určuje strukturní faktor [22].

Obr.38 ukazuje jak jsou difraktované svazky pod úhlem 2θ zaostřeny na zadní ohniskovou rovinu objektivové čočky. Pokud je úhel 2θ větší než α , jsou difrakční body zachyceny na difrakčním obrazci. Braggovy difrakce běžných kovových materiálů neprojdou objektivovou clonou. Difrakce fází jejichž mřížkový parametr je příliš malý projdou objektivovou clonou a podílejí se na kontrastu obrazu, obr.39. Pokud se změní náklon vzorku, změní se také kontrast obrazu.



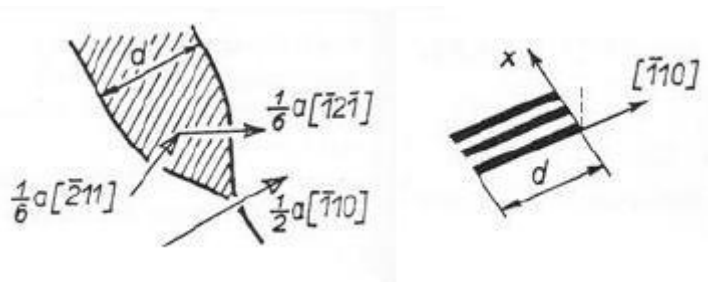
Obr.38-Tvorba obrazu krystalického vzorku. [21]



Obr.39-Difrakce inkluze. [21]

Kontrast na vrstevných chybách a vnitřních površích

Následující popis kontrastu je založen na kinematické teorii kontrastu s použitím sloupcové aproximace [22]. Vrstevná chyba se zobrazuje jako na obr.40, střídají se minima a maxima intenzity. Jakýkoliv vnitřní povrch (hranice zrn, dvojčat, antifázové), který je v pozorovaném vzorku se zobrazuje analogicky jako vrstevná chyba.



Obr.40-Kontrast na vrstevné chybě. [22]

Kontrast na dislokacích

Některé atomové roviny, které se nacházejí v okolí jádra dislokace, zaujímají difrakční polohu vzhledem k dopadajícímu elektronovému svazku. Příčinou je elastické posunutí atomů mřížky v okolí jádra dislokace. Zpravidla jsou to roviny jen z jedné strany jádra.

Hranová dislokace, jejíž Burgersův vektor je rovnoběžný s povrchem fólie, má přibližně dvakrát širší kontrast než odpovídající šroubová dislokace. Pokud je šroubová dislokace skloněna k povrchu fólie pod úhlem, je její kontrast nižší. Jestliže jsou šroubové dislokace hlouběji pod povrchem fólie, je možné pozorovat přerušovaný kontrast dislokace. Také na hranové dislokaci hlouběji pod povrchem fólie je možné pozorovat změnu kontrastu, a to tzv. cik-cak kontrast [22].

3.4.3 Difrakce (bodová, Kikuchiho linie)

Bodová difrakce

Podmínku difrakce je také možné vyjádřit následujícím způsobem. Rovnici (10) uvedenou v kapitole 3.4.2, je možné přepsat do tvaru:

$$\frac{1}{d_{hkl}} = 2 \cdot \frac{1}{\lambda} \cdot \sin \theta \quad (11)$$

Na obr.41 je znázorněno rovinné zobrazení difrakční podmínky. Z trojúhelníku $OO'R'$ můžeme určit, že vektor $\vec{OR'} = \vec{k}_1 - \vec{k}_0$ má velikost $1/d_{hkl}$. Protože má směr normály \vec{n}_{hkl} , musí být vektorem reciproké mřížky.

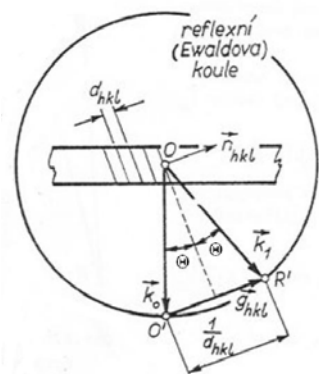
Potom můžeme psát, že:

$$\vec{k}_1 - \vec{k}_0 = \vec{g}_{hkl} \quad (12)$$

Kde: \vec{k}_0 ...vektor dopadajícího svazku,

\vec{k}_1 ...vektor difraktovaného svazku,

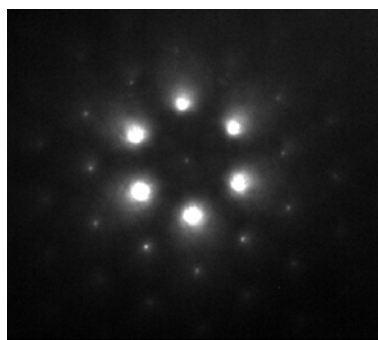
\vec{g}_{hkl} ...vektor reciproké mřížky.



Obr.41-Rovinné zobrazení difrakční podmínky. [22]

Při elektronové difrakci na tenkém monokrystalu je difrakční obrazec přibližně rovinným řezem reciprokou mřížkou. Řez je kolmý k elektronovému svazku a prochází počátkem reciproké mřížky a obsahuje pouze vektory \vec{g}_{hkl} , které jsou kolmé k elektronovému svazku.

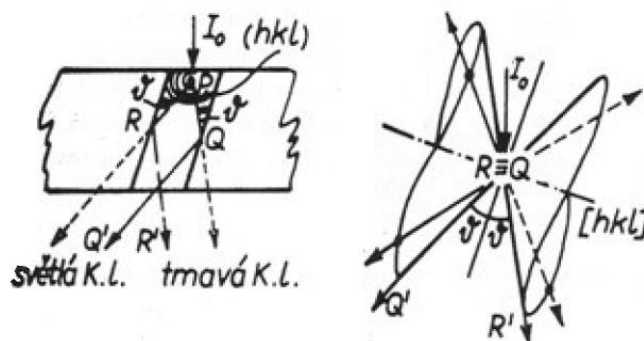
Uprostřed difraktogramu je stopa přímého svazku. Tato stopa má největší intenzitu. Kolem středu jsou další stopy difraktovaných svazků o různé intenzitě, obr.42.



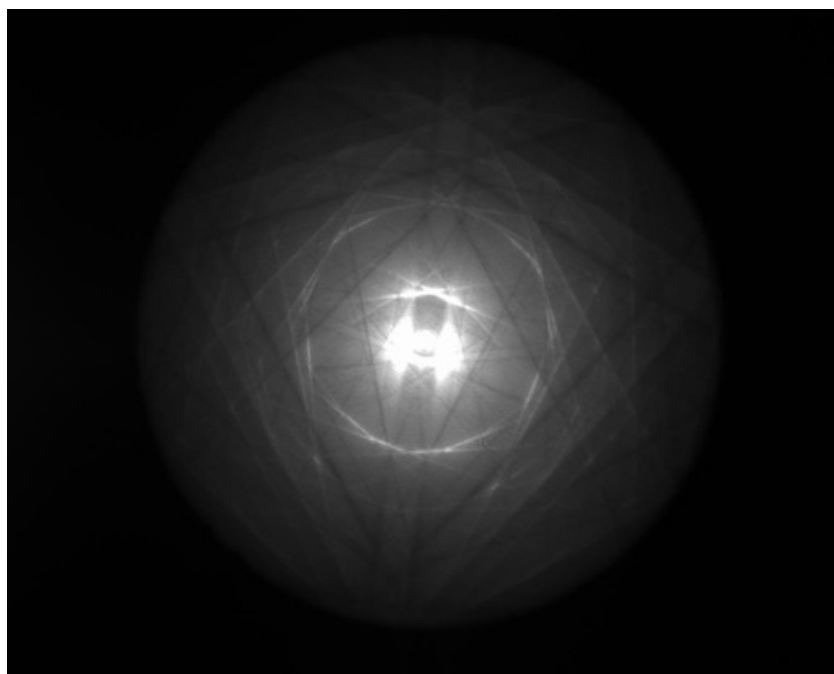
Obr.42-Illustrativní příklad bodového difraktogramu y feritického zrna, zonální osa [111].

Kikuchiho linie

Vznikají elastickým i neelastickým rozptylem. K úplnému popisu vzniku Kikuchiho linií je potřeba dynamická teorie kontrastu. Následující zjednodušení odvození je přejato z literatury [22]. V bodě P, na obr.43, pod povrchem fólie dochází k anelastickému rozptylu dopadajícího svazku. Z bodu P se začíná šířit kulová vlna. Tato vlna může být difraktována soustavou rovnoběžných rovin. Paprsky PQ a PR splňují Braggovu podmínku a jsou difraktovány do směrů QQ' a RR'. Intenzita paprsku PQ je větší než intenzita paprsku PR. Rozdíl v intenzitě těchto paprsků je dán velikostí úhlu rozptylu. Čím větší je úhel rozptylu, tím menší je intenzita. Stopy na pozadí difraktogramu jsou nazývány světlá a tmavá Kikuchiho linie. Množinou všech možných difrakčních směrů náležejících dané soustavě rovin jsou povrchy dvou kuželů, jejichž osa je normálou daných rovin. Průsečnice těchto kuželů se stínítkem jsou hyperboly. Difrakční úhel ϑ je malý, proto se Kikuchiho linie blíží k přímkám [22]. Na obr.44 jsou zobrazeny Kikuchiho linie b.c.c. mřížky.



Obr.43-Vznik Kikuchiho linií. [22]



Obr.44-Kikuchiho linie.

4. Experimentální část

4.1 Zkoumaný materiál

Pro tuto práci byla zvolena dvoufázová austeniticko-feritická ocel SAF 2507. Tento typ ocelí kombinuje vlastnosti austenitických ocelí a feritických ocelí. Pro tuto ocel je charakteristický vyšší obsah dusíku. Dusík ve feritu téměř nahrazuje uhlík. Tímto se zlepšuje svařitelnost těchto ocelí. Pro své mechanické a antikorozi vlastnosti nachází tato ocel uplatnění v korozních prostředích. Zvláště v oblasti papírenského a chemického průmyslu. Předností této oceli je vysoká odolnost vůči koroznímu praskání v prostředí chloridů a sirovodíku.

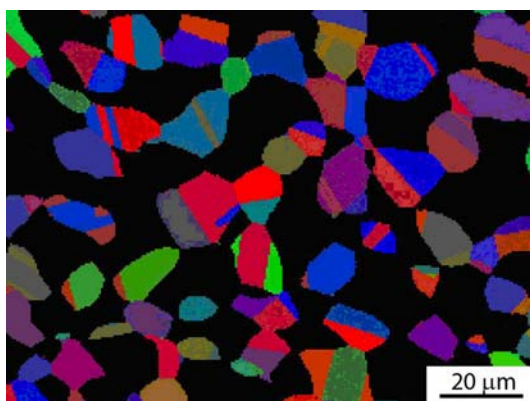
Tato ocel byla navržena s cílem studovat materiál obsahující dvě odlišné fáze.
Jsou to: a) austenit - f.c.c. mřížka (fáze γ)
b) ferit - b.c.c. mřížka (fáze α)

Duplexní ocel SAF 2507 byla vyrobena švédskou firmou Sandvik. Dodána byla ve formě tyčí průměru 30 mm. Tabulka tab.2 udává chemické složení.

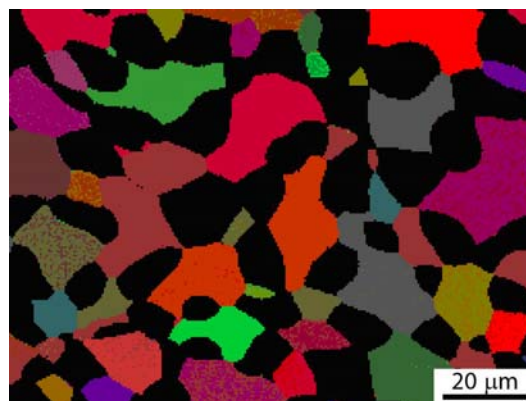
Prvek	C	Cr	Ni	Mo	N	Fe
hm. %	0,02	23,00	7,00	3,80	0,27	zb.

Tab.2-Chemické složení oceli SAF 2507.

Struktura je tvořena feritickou maticí s ostrůvky austenitu. obr.45.



a)



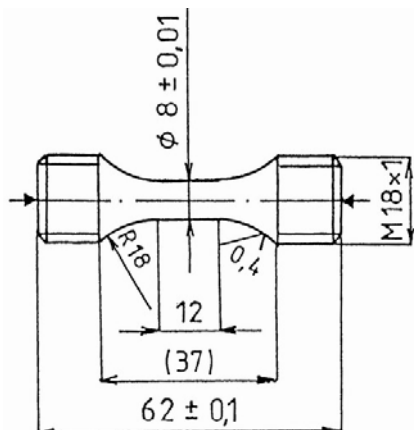
b)

Obr.45-Obráz EBSD z fólie kolmé na osu tyče; a) austenit, b) ferit. [23]

Objemový podíl fází je 53% austenitu a 47% feritu. Průměrná velikost zrn austenitu je 8 μm a zrn feritu 11 μm [23].

4.2 Zkušební tělesa a únavové zkoušky

Byly vyrobeny zkušební tělesa s válcovou měrnou částí průměru 8 mm a délky 12 mm. obr.46. Zkušební tělesa měla osu zatěžování shodnou se směrem válcování polotovárů. Do čelistí byly upnuty za závitové hlavy. Tělesa byla zatěžována symetricky tahem-tlakem na servohydraulickém počítačem řízeném pulsátoru MTS 880, obr.47, za pokojové teploty.

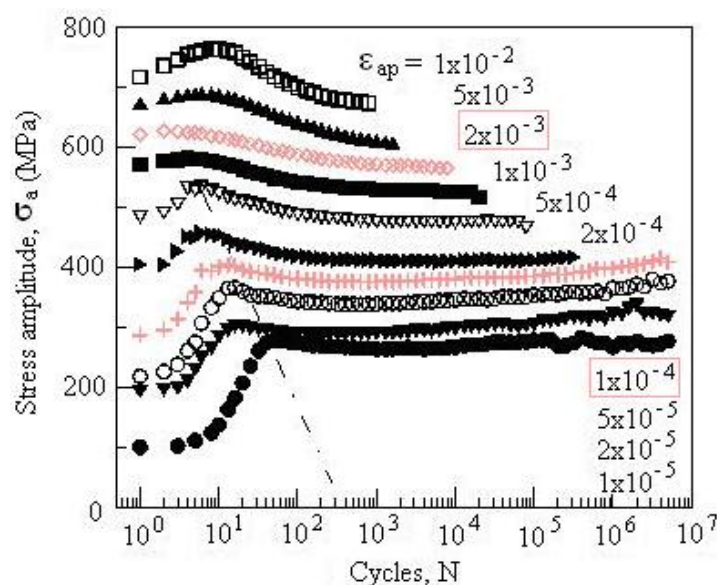


Obr.46-Zkušební těleso.

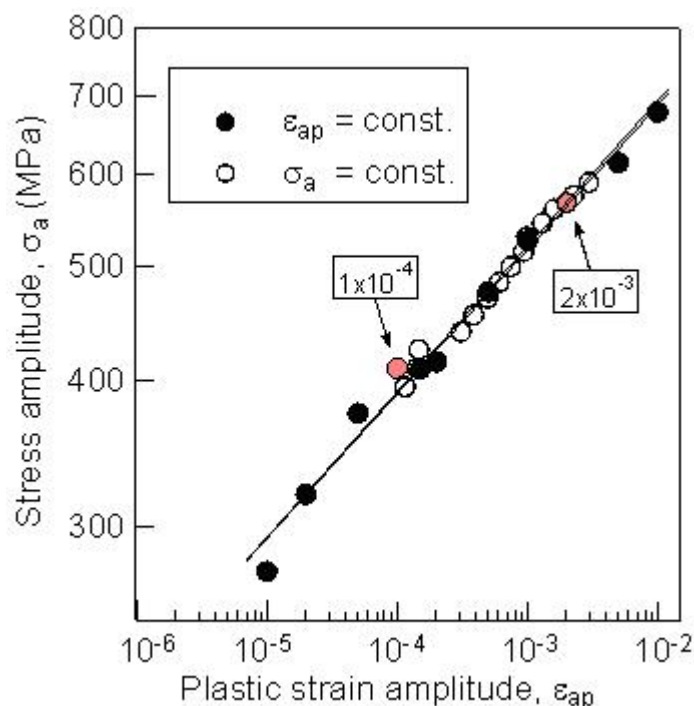


Obr.47-Pulsátor MTS 880.

Zatěžování probíhalo s konstantní amplitudou plastické deformace $\varepsilon_{ap}=1 \times 10^{-4}$, $\varepsilon_{ap}=2 \times 10^{-3}$. Rychlost zatěžování byla konstantní velikosti $2,5 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. Tělesa byla zatěžována až do lomu. Na obr.48 jsou křivky cyklického změkčení-zpevnění a na obr.49 je CDK s vyznačenými amplitudami plastické deformace zkoumaných těles. Z těchto těles byly připraveny fólie pro pozorování na TEM. Bližší údaje o podmínkách zatěžování jsou uvedeny ve [23].



Obr.48-Křivky cyklického změkčení-zpevnění oceli SAF 2507. [23]



Obr.49-CDK oceli SAF 2507. [23]

4.3 Příprava orientované folie pro TEM

Pro pozorování vzorků na TEM je nutné, aby připravený vzorek měl dostatečně malou tloušťku. Důvodem je princip zobrazování TEM. Vzorek musí být prozářen dostatečně intenzivním svazkem elektronů aby mohl vzniknout obraz. Transparentní tloušťka je pro každý typ materiálu jiná. Materiály s vyšším atomovým číslem jsou hůře prozařitelné, proto je nutné použít vyšší urychlovací napětí.

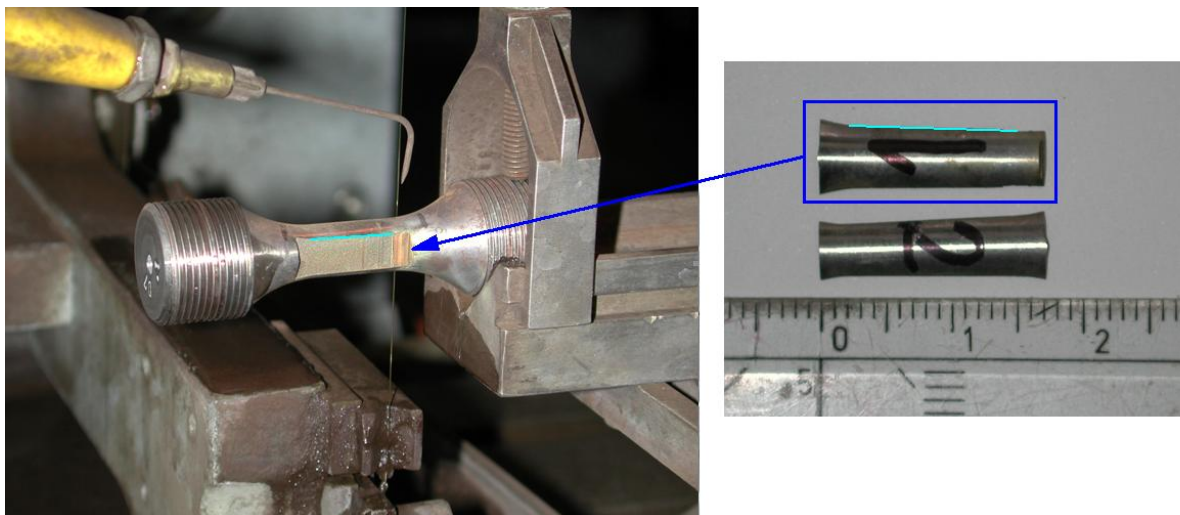
Pro metodu orientovaných fólií je nutné již od začátku přípravy folie dbát na správnost odebrání vzorku. Musí se postupovat přesně, aby bylo možné jednoznačně určit směr osy zatěžování.

Fólie byly připraveny tímto způsobem:

- odříznutí plátků ze vzorku,
- broušení plátků,
- vyseknutí kotoučů z plátků,
- elektrolytické ztenčování kotoučů.

Odříznutí plátků ze vzorku

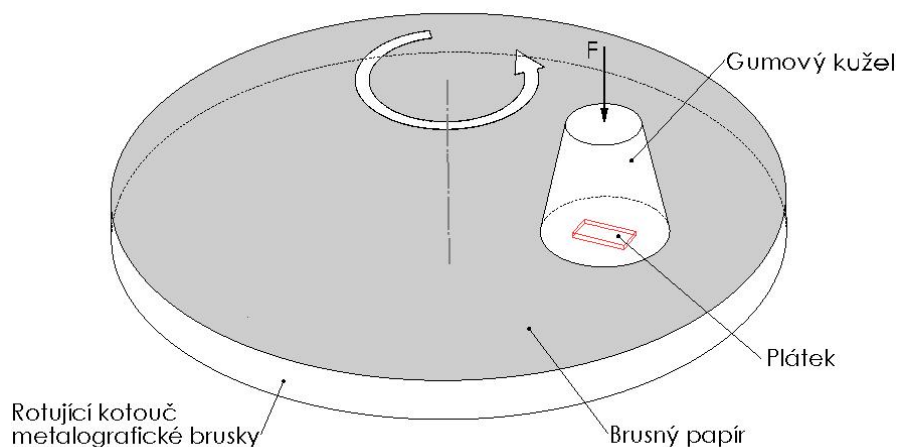
Plátek o tloušťce cca 0,8 mm byl odřezán elektrojiskrovou řezačkou, používající deionizovanou vodu v podélném směru z měrné části zkušebního vzorku, obr.50.



Obr.50-Odříznutí fólie ze zkušebního vzorku.

Broušení plátků

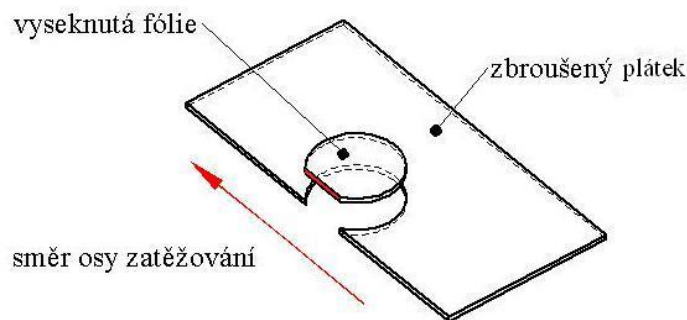
Následně po odříznutí byly plátky broušeny na metalografické brusce s regulovatelnými otáčkami pomocí speciálního přípravku nebo gumového hříbku, obr.51. Bylo použito ruční broušení, chlazeno vodou. Vzorky byly broušeny rovnoměrně z obou stran. Broušeno bylo postupně od nejhrubšího brusného papíru (hrubost 400dpi) až po nejjemnější (hrubost 1200dpi). Tloušťka fólie po broušení byla 0,1-0,08 mm.



Obr.51-Broušení fólie na metalografické brusce.

Vyseknutí kotoučů z plátků

Dalším krokem při přípravě fólie je vyseknutí kotoučů z fólie. Kotouče o průměru 3mm (což odpovídá průměru držáku mikroskopu) byly vysekнуты tak, aby na kotoučcích zůstala hrana, která odpovídá směru osy zatěžování, obr.53.



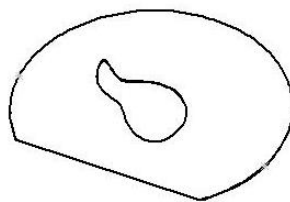
Obr.53-Vyseknutí kotoučů z fólie.

Elektrolytické ztenčování kotoučů

K elektrolytickému ztenčování kotoučů byl použit přístroj Tenupol. Podmínky při ztenčování:

- složení elektrolytu: 95% kyselina octová + 5% kyselina chloristá
- teplota elektrolytu: 12-14°C
- použité napětí: stejnosměrné 100-110 V

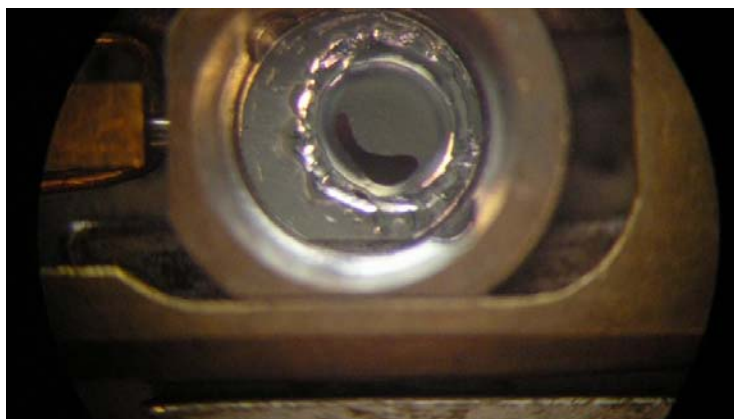
V okamžiku, kdy v kotoučku vznikl otvor, bylo ztenčování ukončeno a kotouč se smáčel v lihu. Následovalo sušení. Otvor měl nerovnoměrný tvar, obr.54. Jeho okraje byly dostatečně tenké pro pozorování v TEM.



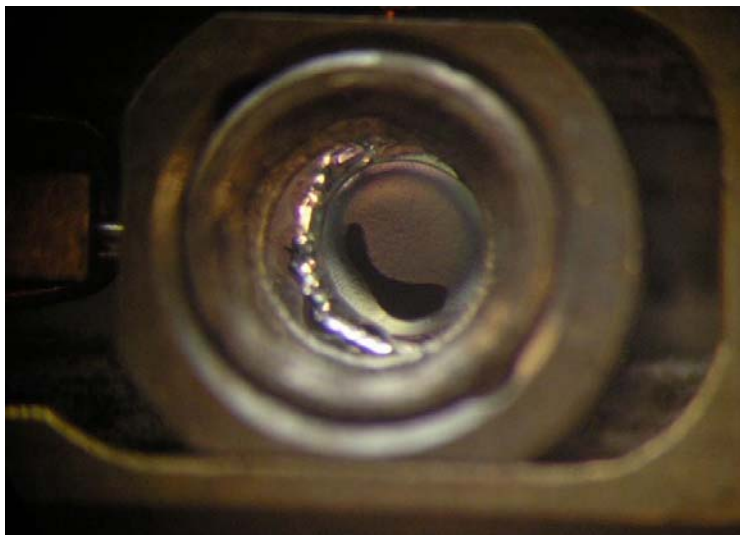
Obr.54-Schéma otvoru v kotouči.

4.4 Metoda orientovaných fólií

Orientovaná fólie je založena do držáku mikroskopu tak, aby hrana fólie byla rovnoběžná s osou držáku dle obr.55. Založení fólie je nutné zdokumentovat pomocí digitálního fotoaparátu, aby bylo možné zkontrolovat jestli nedošlo k pootočení fólie po zašroubování matice, obr.56.

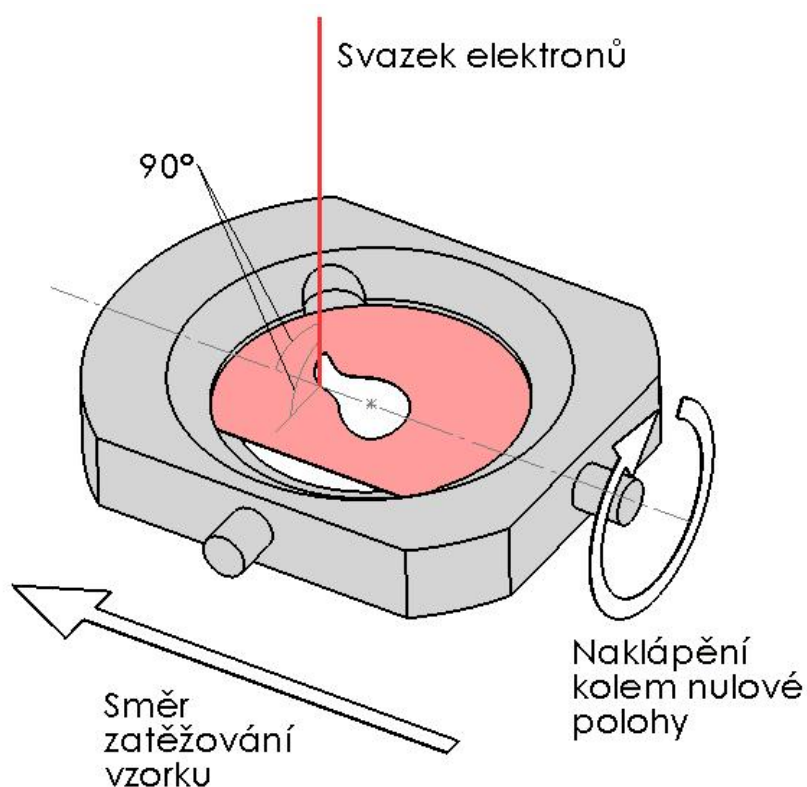


Obr.55-Založení fólie před zašroubováním matice.



Obr.56-Založení fólie po zašroubování matice.

Tím je dosaženo, že svazek elektronů je kolmý k rovině fólie a kolmý k ose zatěžování, obr.57. Do difrakční podmínky se dostávají póly kolmé na osu zatěžování. Osu zatěžování je potom možné dopočítat vektorovým součinem těchto pólů.



Obr.57-Schéma založení fólie v držáku.

Po založení držáku s fólií do mikroskopu hledáme při malém zvětšení okraj vyleptané díry ve fólii. Následně při zvětšení 5600x vybereme vhodné zrno pro pozorování, obr.58.

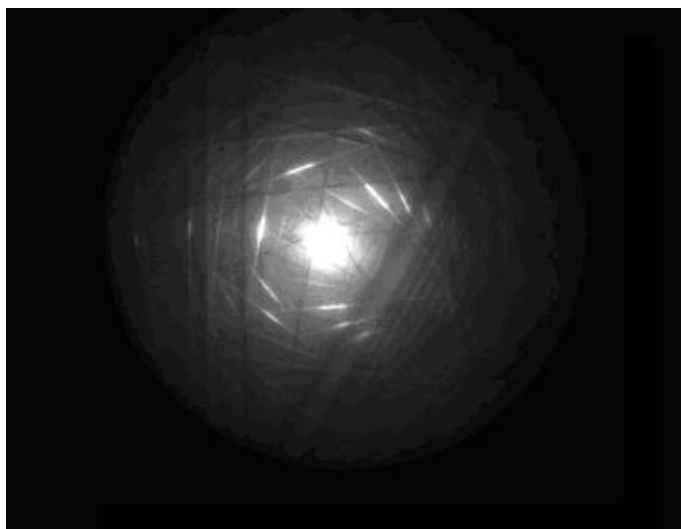


Obr.58-Pozorované zrno, zvětšení 5600x.

Fólii nastavíme do eucenrické polohy, tzn. svazek elektronů je zaostřen na rovinu zrna a při naklápění fólie se téměř nemění zorné pole (při pozorování na stínítku vidíme jen změnu tvaru zrna v důsledku naklopení).

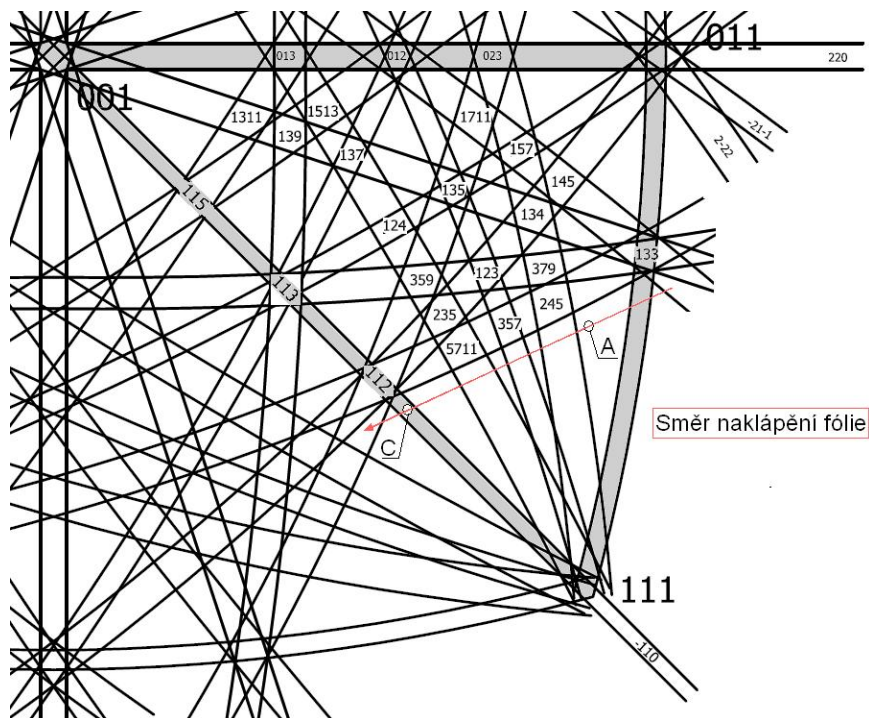
Tímto se dosáhne, že pozorované Kikuchiho linie patří pozorovanému zrnu při různých úhlech natočení fólie.

Přepneme mikroskop do difrakčního módu odstraněním selekční clony, vhodným buzením kondenzorové čočky je dosaženo zobrazování Kikuchiho linií obr.59.



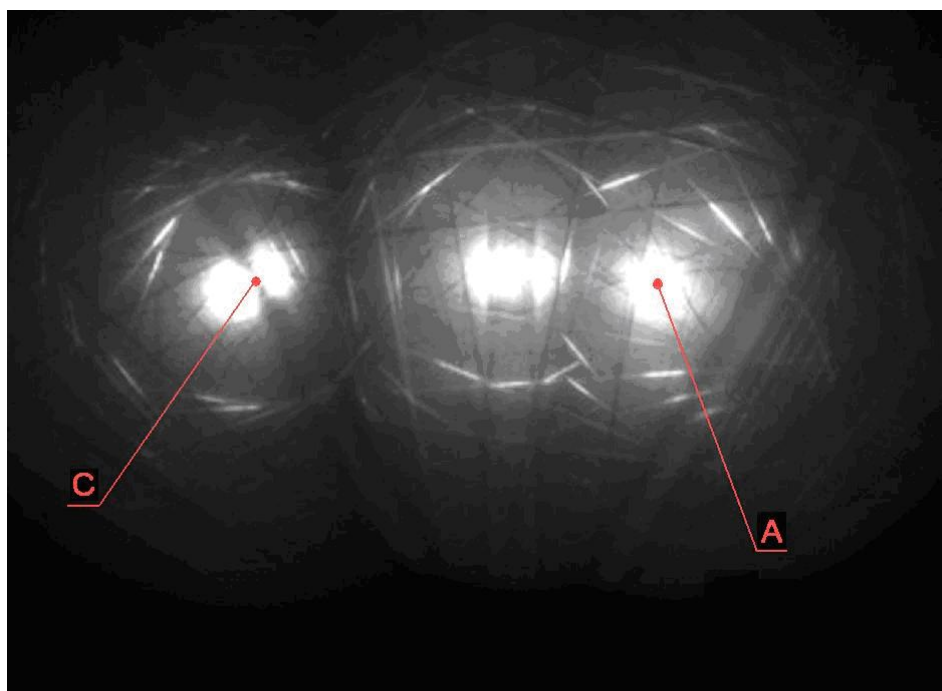
Obr.59-Kikuchiho linie v BCC mřížce.

Postupně byla fólie nakláněna a určeny polohy svazku v krystalu dle Kikuchiho linií znázorněných na obr.60. Pro jednotlivé náklony byly zaznamenány úhly odklonění svazku od pólů a úhly naklopení fólie.



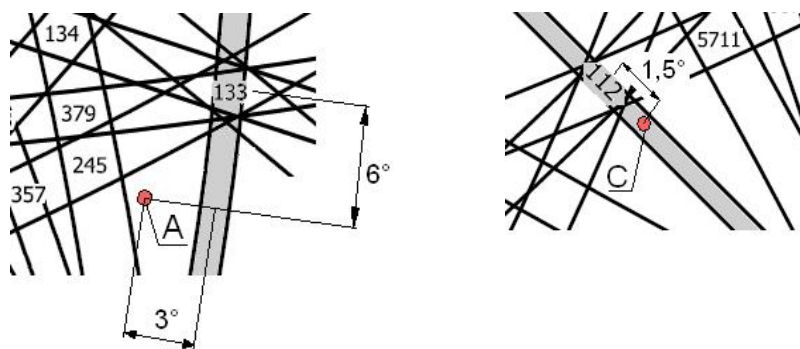
Obr.60-Schéma Kikuchiho linií v BCC mřížce.

Dle obrázku obr.61 je možné pozorovat pohyb svazku při změnách náklonu fólie.



Obr.61-Pozorované Kikuchiho linie v zrně feritu s vyznačenými polohami svazku.

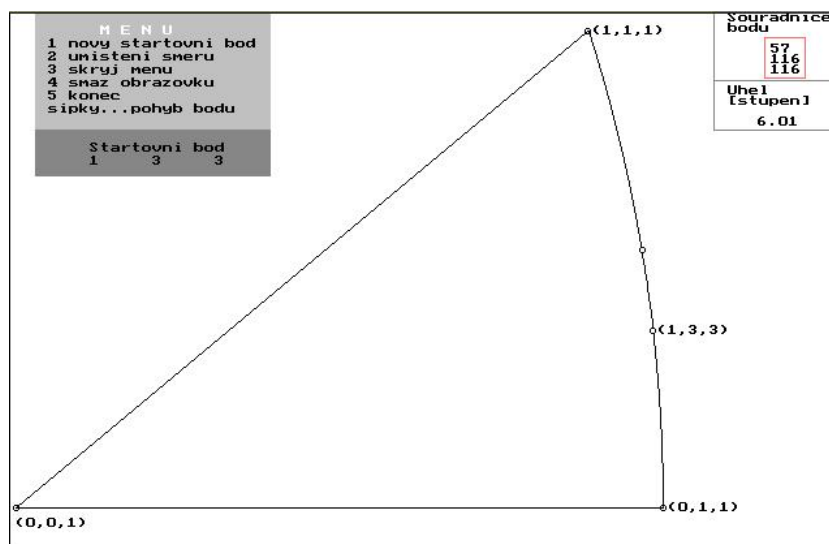
Při úhlu náklonu fólie bylo naměřeno, že v místě A je svazek elektronů odkloněn od pólu $\langle 133 \rangle$ 6° a dále 3° od stopy roviny $\{011\}$. Otočením fólie o $13,5^\circ$ se dostal svazek elektronů na místo C. Bylo naměřeno, že je odkloněn od pólu $\langle 112 \rangle$ $1,5^\circ$ po stopě roviny $\{011\}$. Polohy svazku jsou vyznačeny na obr.62.



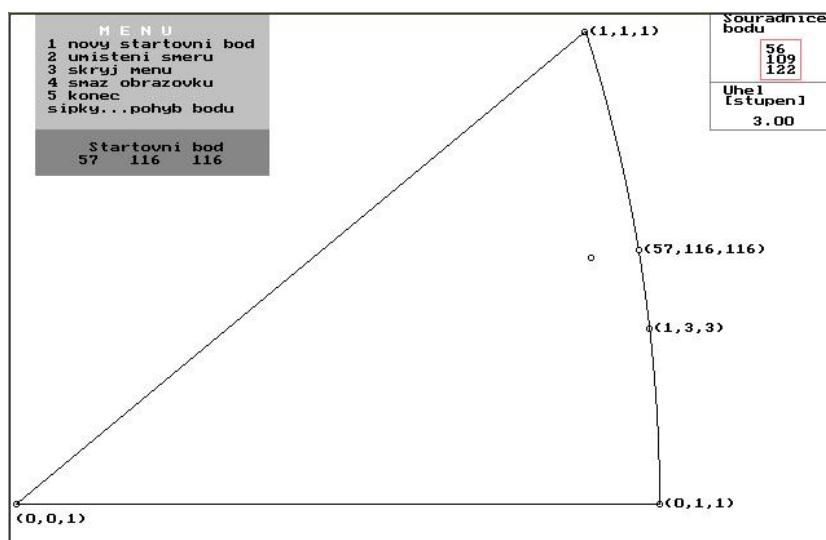
Obr.62-Určené polohy svazku elektronů v místech A a C.

V programu Temsoft přesně určíme indexy směru elektronového svazku v krystalu. Tento program počítá indexy směrů ve stereografickém trojúhelníku. Poloha kurzoru odpovídá směru ve stereografické projekci. V pravém horním rohu obr.63 jsou zobrazeny indexy směru náležejících poloze kurzoru. Úhel odklonu je dopočítáván k zadanému startovnímu bodu (v levém horním rohu).

Nejprve byly určeny indexy směru A, který leží 6° od pólu $\langle 133 \rangle$, obr.63. Této poloze odpovídá směr $\langle 57\ 116\ 116 \rangle$. A následně indexy směru, který leží 3° od směru $\langle 57\ 116\ 116 \rangle$, obr.64.



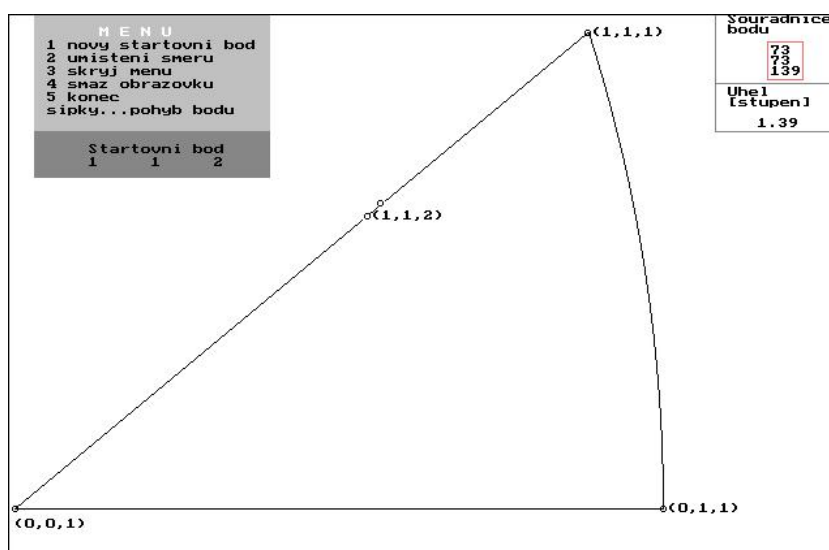
Obr.63-Určení polohy svazku elektronů v místě 6° od pólu $\langle 133 \rangle$.



Obr.64-Určení polohy svazku elektronů v místě A.

Z toho plyne, že indexy směru elektronového svazku v místě A jsou $\langle 56\ 109\ 122 \rangle$.

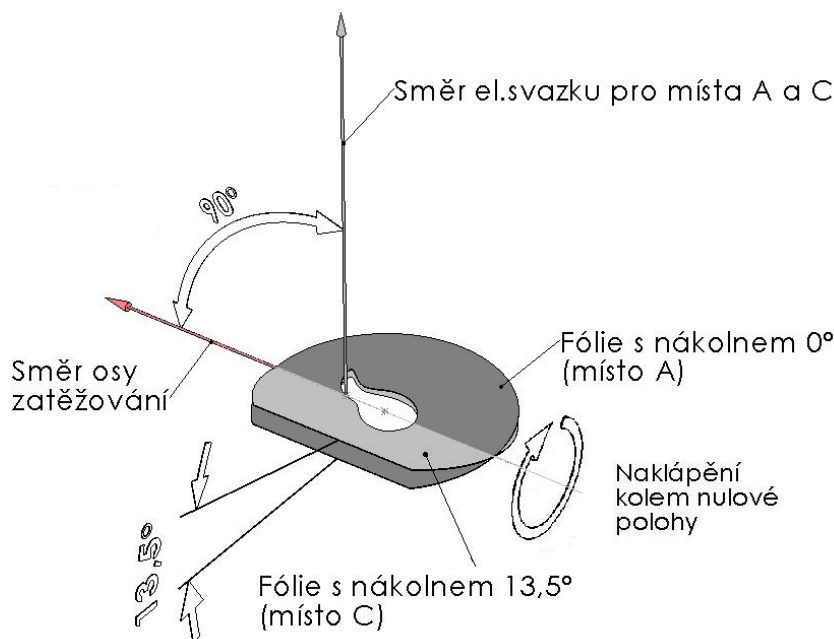
Dále byly určeny indexy směru C, obr.65.



Obr.65-Určení polohy svazku elektronů v místě C.

Indexy směru C jsou $\langle 73\ 73\ 139 \rangle$.

Na obrázku obr.66 jsou pro názornost zobrazeny polohy elektronového svazku vůči náklonům fólie a směru zatěžování pro místa A a C.

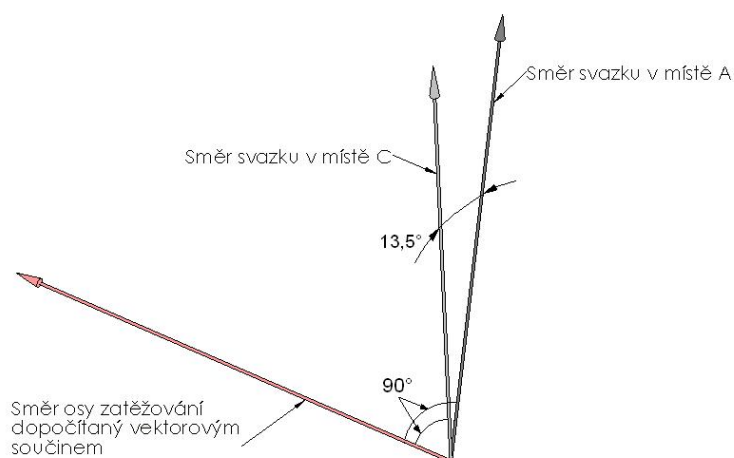


Obr.66-Náklon fólie pro místa A a C.

Takto určené indexy jsou pracovní. Aby bylo možné zobrazit polohu osy zatěžování v základním stereografickém trojúhelníku je nutné provést permutaci indexů směrů **A** a **C** a doplnit jednotlivé indexy o záporná znaménka. Indexy směrů **A** a **C** jsou tedy změněny tak, aby po vektorovém součinu směrů **A** a **C** výsledný vektor ležel v základním stereografickém trojúhelníku s těmito vrcholy: 001, 011, $\bar{1}11$. K tomu byl vypracován algoritmus v Microsoft Excelu, který ze zadaných dvou směrů vytvoří jejich možné permutace a vypočítá jejich vektorový součin. Potom stačí vyhledat v tabulce výsledků vektor jehož indexy jsou splňují tyto požadavky: první index je záporný, druhý index je kladný a třetí index je větší než druhý index. K tomuto výslednému vektoru patří opravené indexy směrů.

Opravené indexy směrů **A** a **C** jsou $\langle \bar{1}09 \ \bar{1}22 \ 56 \rangle$ a $\langle \bar{7}3 \ \bar{1}39 \ 73 \rangle$.

Indexy směru osy zatěžování byly dopočítány vektorovým součinem směrů **A** a **C**, obr.67.

Obr.67-Směr osy zatěžování vypočítaný vektorovým součinem **A** a **C**.

V programu Temsoft byla osa zatěžování převedena na nízkoindexovou, obr.68.

Tato procedura najde nejbližší nízkoindexový směr ke směru x a vypočte úhel mezi x a nalezeným směrem.

Staré souřadnice : [-1122,3869,6245]

Vlož maximální přípustnou hodnotu Millerových indexů : 12

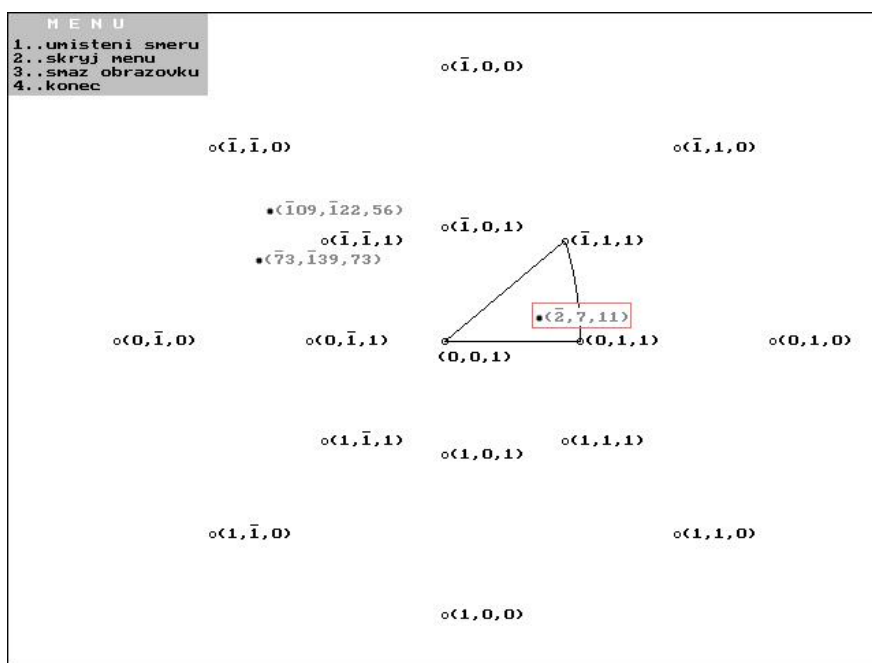
Nalezený směr : [-2,7,11]

Úhel mezi x a nalezeným směrem je : 0.685 stupňů.

Obr.68-Převod indexů osy zatěžování.

Hledaná osa zatěžování má indexy $\langle \bar{2} \ 7 \ 11 \rangle$ a je odkloněna od původní osy zatěžování o $0,685^\circ$. Chybu $0,685^\circ$ je možné zanedbat a pro další výpočty použít směr s nízkými indexy.

Všechny takto určené směry jsou vyneseny na obr.69.



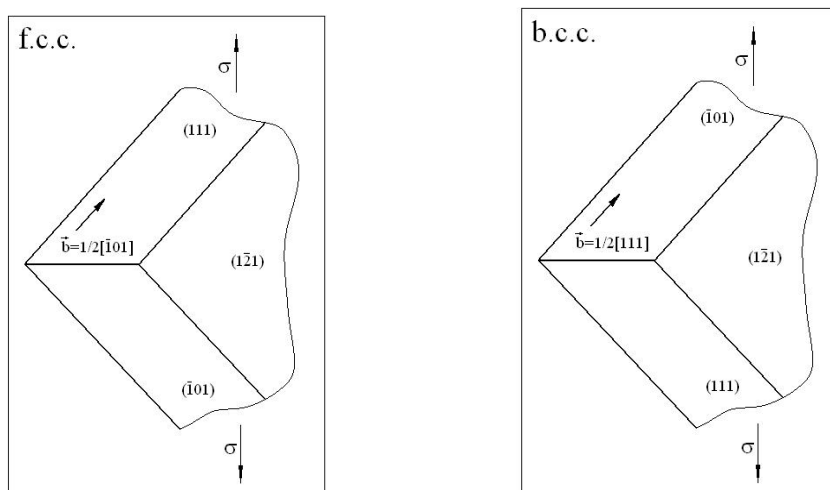
Obr.69-Stereografická projekce s vyznačenými vypočítanými směry.

Osa zatěžování leží v oblasti, kde hodnota Schmidova faktoru odpovídá jednoduchému skluzu. Dále pak bylo při vyhodnocování fotografií dislokačních struktur možno spočítat Schmidovy faktory aktivních skluzových systémů a průměty směrů a stopy rovin aktivních skluzových systémů.

5. Výsledky

Ze dvou zkušebních těles byly připraveny fólie dle předchozího postupu (kapitola 4.3). Následně byly tyto fólie pozorovány na TEM. Pro každou amplitudu plastické deformace byly vybrány dvě zrna (zrno austenitu a zrno feritu), jejichž dislokační struktura se nejčastěji vyskytovala na pozorovaných fóliích.

Při pozorování dislokačních struktur je pro snadnější prostorovou představu vhodné použít schéma na obr.70. Kde při pohledu ve směru normály roviny $(\bar{1}\bar{2}1)$ jsou primární skluzové roviny, které obsahují \vec{b} , kolmé k rovině $(\bar{1}\bar{2}1)$.



Obr.70-Schéma vzájemné orientace významných rovin řezu pro dvě mřížky. [24]

5.1 Austenitická zrna

Dislokační uspořádání ve vzorku cyklovaném s $\epsilon_{ap}=1 \times 10^{-4}$

Při pozorování fólií ze vzorku cyklovaném s $\epsilon_{ap}=1 \times 10^{-4}$ až do lomu, byla nalezena zrna jak s planárním uspořádáním dislokací tak i zrna bez výrazného dislokačního uspořádání (pouze s nakupením dislokací, tzv. „pile-up“). Charakteristické planární uspořádání je na obr.P1. Zrno je orientováno pro jednoduchý skluz. Osa zatěžování byla určena $[\bar{1}35]$ a je vyznačena na obr.P1 v základním stereografickém trojúhelníku. Stanovená rovina fólie $r_f = (594)$ je odkloněna od roviny $(\bar{1}\bar{2}1)$ o $3,67^\circ$. Z toho plyne, že řez dislokační strukturou je téměř rovinou $(\bar{1}\bar{2}1)$. Na obr.P1 jsou rovněž uvedeny vypočítané Schmidovy faktory aktivních skluzových systémů. A dále stopy rovin a směry Burgersových vektorů skluzových systémů s nejvyššími Schmidovými faktory. Podle schématu na obr.70 jsou hranové dislokace zobrazeny přibližně jako body, šroubové a smíšené dislokace jako čáry. Dislokace jsou uspořádány v pásce oddělených od sebe místy téměř bez dislokací. Aktivní jsou dislokace hranové i šroubové primárního skluzového systému {rovina (111) , směr $[\bar{1}01]$ }. Dislokace sekundárního skluzového systému {rovina $(\bar{1}\bar{1}1)$, směr $[01\bar{1}]$ } jsou šroubové. Netvoří žádnou pravidelnou strukturu. Protínají pásy planární struktury, ale nijak výrazně ji neovlivňují. Na obr.P2 je detail ze stejného zrna. V pravé části, na hranici zrna, je vidět „pile-up“

vyprovokovaný sousedním zrnem. Jsou to hranové dislokace terciálního skluzového systému {rovina $(\bar{1}11)$, směr $[0\bar{1}1]$ }.

V tab.3 jsou uvedeny úhly mezi normálou roviny fólie $\mathbf{r}_f = [\bar{5}94]$ (uvedena na obr.P1) a normálami rovin a úhly mezi normálou roviny fólie \mathbf{r}_f a směry skluzových systémů s nejvyšším Schmidovým faktorem.

rovina	normála roviny	úhel mezi normálami
(111)	[111]	90°
$(\bar{1}11)$	$[\bar{1}11]$	121,5°
$(\bar{1}\bar{1}1)$	$[\bar{1}\bar{1}1]$	65,28°
směr	-	úhel mezi směrem a normálou \mathbf{r}_f
$[\bar{1}01]$	-	93,8°
$[01\bar{1}]$	-	146,3°
$[0\bar{1}1]$	-	71,3°

Tab.3-Úhly směrů a normál rovin s rovinou fólie.

Dislokační uspořádání ve vzorku cyklovaném s $\varepsilon_{ap}=2 \times 10^{-3}$

Při pozorování fólií ze vzorku cyklovaného s vyšší amplitudou plastické deformace $\varepsilon_{ap}=2 \times 10^{-3}$ až do lomu, byla nalezena většina zrn s planárním uspořádáním dislokací, které bylo obdobné jako u zrn z fólie ze vzorečku cyklovaného s $\varepsilon_{ap}=1 \times 10^{-4}$. Dále pak v menším počtu zrna s žilovou strukturou pásového charakteru. Většina zrn vykazovala uspořádání, které je zobrazeno na obr.P3. Zrno je orientováno pro dvojnásobný skluz. Osa zatěžování byla určena $[037]$ a je vyznačena na obr.P4 v základním stereografickém trojúhelníku. Stanovená rovina fólie je $(\bar{2}45)$. Na obr.P4 jsou rovněž uvedeny vypočítané Schmidovy faktory aktivních skluzových systémů. A dále stopy rovin a směry Burgersových vektorů skluzových systémů s nejvyššími Schmidovými faktory. Dislokace v primárním i sekundárním skluzovém systému, {rovina (111), směr $[\bar{1}01]$ } a {rovina $(\bar{1}11)$, směr $[101]$ }, mají hranový i šroubový charakter. Dislokace primárního skluzového systému jsou uspořádány v pásích oddělených od sebe místy s nízkou hustotou dislokací. Vzhledem k pásům primárního skluzového systému {rovina (111), směr $[\bar{1}01]$ } jsou pásy sekundárního skluzového systému {rovina $(\bar{1}11)$, směr $[101]$ } uspořádány v širších pásích s nižší hustotou dislokací. Šířka a hustota dislokací je na obr.P3 a obr.P4 poněkud zkreslená. Ve skutečnosti šířky a hustoty pásů mohou být jiné. Tento vzhled je dán řezem zrna (rovinou fólie), kdy rovina (111) je téměř kolmá (95°) k rovině fólie $(\bar{2}45)$. Rovina $(\bar{1}11)$ svírá s rovinou fólie $(\bar{2}45)$ úhel 75°. Oba systémy se výrazně neovlivňují. Lze předpokládat, že s rostoucí amplitudou plastické deformace by k vzájemnému ovlivnění mohl dojít a vytvářely by se stěnové struktury. Dislokační strukturu také ovlivňuje velikost zrna. Na obr.P4 je v pravé části vidět, že se na hranicích zrna objevují nakupení dislokací. Obr.P5 je ze stejného místa jako obr.P4, ale při difrakční podmínce $\vec{g}_{\bar{1}11}$. Můžeme zde pozorovat vymizení dislokací na hranici se sousedním zrnem. Tyto dislokace jsou sekundárního skluzového systému {rovina $(\bar{1}11)$, směr $[101]$ }.

V tab.4 jsou uvedeny úhly mezi normálou roviny fólie $\mathbf{r}_f = [\bar{2}45]$ (uvedena na obr.P4) a normálami rovin a úhly mezi normálou roviny fólie \mathbf{r}_f a směry skluzových systémů s nejvyšším Schmidovým faktorem.

rovina	normála roviny	úhel mezi normálami
(111)	[111]	94,9°
($\bar{1}11$)	[$\bar{1}11$]	75°
(1 $\bar{1}1$)	[1 $\bar{1}1$]	53°
směr	-	úhel mezi směrem a normálou r_f
[$\bar{1}01$]	-	42,5°
[101]	-	71,6°
[011]	-	84°

Tab.4- Úhly směrů a normál rovin s rovinou fólie.

5.2 Feritická zrna

Dislokační uspořádání ve vzorku cyklovaném s $\varepsilon_{ap}=1 \times 10^{-4}$

Při pozorování fólií ze vzorku cyklovaném s $\varepsilon_{ap}=1 \times 10^{-4}$ až do lomu, všechna pozorovaná zrna neměla žádné prostorové uspořádání dislokací. Většinou byla dislokační struktura tvořena volnými šroubovými dislokacemi ležícími souběžně se směrem $[1\bar{1}1]$, jako je na obr.P6. Orientace zrna dle určené osy zatěžování $[\bar{2} \ 7 \ 11]$ je téměř pro jednoduchý skluz. Osa zatěžování se svou polohou blíží k orientaci, ve které jsou aktivní dva skluzové systémy, tato poloha je zakreslena v základním stereografickém trojúhelníku na obr.P6. Byly spočítány Schmidovy faktory aktivních skluzových systémů. Uvedeny jsou na obr.P6 spolu se stopami rovin a projekcemi směrů Burgersových vektorů skluzových systémů s nejvyššími Schmidovými faktory. Na hranicích zrna jsou nakupení hranových dislokací, tzv. „pile-up“, ležících kolmo na směr $[111]$. Tyto nakupení jsou vyprovokovány pásy dislokací sousedních zrn austenitu. To uvádí detail na obr.P7, který je zvětšení levé hranice na obr.P6.

V tab.5 jsou uvedeny úhly mezi normálou roviny fólie $r_f = [10\bar{1}05]$ (uvedena na obr.P6) a normálami rovin a úhly mezi normálou roviny fólie r_f a směry skluzových systémů s nejvyšším Schmidovým faktorem.

rovina	normála roviny	úhel mezi normálami
($\bar{1}01$)	[$\bar{1}01$]	103,6°
(101)	[101]	45°
($\bar{1}10$)	[$\bar{1}10$]	19,5°
(011)	[011]	103,6°
směr	-	úhel mezi směrem a normálou r_f
[111]	-	62,6°
[$\bar{1}11$]	-	101,4°
[1 $\bar{1}1$]	-	109,1°

Tab.5-Úhly směrů a normál rovin s rovinou fólie.

Dislokační uspořádání ve vzorku cyklovaném s $\varepsilon_{ap}=2 \times 10^{-3}$

Na fóliích ze vzorku cyklovaného na této amplitudě plastické deformace až do lomu, byla pozorována zrna jejichž dislokační struktury byly tvořeny směsí žil a stěn. Zrno, které nejvíce charakterizuje tyto dislokační uspořádání je na obr.P8. Orientace zrna dle určené osy zatěžování $[\bar{1}24]$ je téměř pro jednoduchý skluz. Osa zatěžování se svou polohou blíží k orientaci, ve které jsou aktivní dva skluzové systémy, tato poloha je zakreslena v základním

stereografickém trojúhelníku na obr.P8. Byly spočítány Schmidovy faktory aktivních skluzových systémů. Uvedeny jsou na obr.P8 spolu se stopami rovin a projekcemi směrů Burgersových vektorů skluzových systémů s nejvyššími Schmidovými faktory.

Žíly jsou tvořeny dipóly a smyčkami dislokací s dlouhými hranovými úseky primárního skluzového systému {rovina ($\bar{1}01$), směr $[111]$ }. Svazky žil jsou husté a lze mezi nimi zřetelně pozorovat kanály. Ve střední části zrna se nacházejí stěny dislokací z primárního skluzového systému. Mezi stěnami lze pozorovat šroubové dislokace primárního skluzového systému ležící podél směru $[111]$. Ve spodní části zrna jsou stěny dislokací ze sekundárního skluzového systému {rovina (101) , směr $[\bar{1}11]$ }.

Na dalších snímcích je zachyceno stejné místo pozorovaného zrna, ale mění se difrakční podmínka \vec{g} . Místo je označeno na obr.P8 bílými rohy.

Obr.P9 byl pořízen na difrakční podmínce \vec{g}_{011} , kdy dislokace z primárního a sekundárního skluzového systému jsou viditelné.

Na obr.P10 je difrakční podmínka $\vec{g}_{\bar{1}10}$, na ní jsou neviditelné šroubové a hranové dislokace sekundárního skluzového systému {rovina (101) , směr $[\bar{1}11]$ }. Šroubové dislokace vymizí úplně, hranové dislokace mají zbytkový kontrast.

Obr.P11 byl pořízen na difrakční podmínce $\vec{g}_{\bar{1}01}$, na ní jsou dislokace primárního skluzového systému {rovina ($\bar{1}01$), směr $[111]$ } neviditelné, tedy úplně vymizí šroubové dislokace převážně v oblasti mezi žilami a hranové dislokace mají zbytkový kontrast jak v žilách, tak i mezi žilami.

V tab.6 jsou uvedeny úhly mezi normálou roviny fólie $\mathbf{r}_f = [\bar{5}46]$ (uvedena na obr.P8) a normálami rovin skluzových systémů s nejvyšším Schmidovým faktorem.

rovina	normála roviny	úhel mezi normálami
$(\bar{1}01)$	$[\bar{1}01]$	$85,4^\circ$
(101)	$[101]$	$27,6^\circ$
(011)	$[011]$	$80,7^\circ$
směr	-	úhel mezi směrem a normálou \mathbf{r}_f
$[111]$	-	$78,9^\circ$
$[\bar{1}11]$	-	$125,3^\circ$
$[111]$	-	$78,9^\circ$
$[1\bar{1}1]$	-	101°

Tab.6-Úhly směrů a normál rovin s rovinou fólie.

6. Diskuze výsledků

6.1 Metoda orientovaných fólií

Metoda orientovaných fólií je známá, ale málo používaná. Hlavním důvodem je časová náročnost této techniky. Aplikací této metody je možné detailně popsat dislokační strukturu v materiálu. Je možné vytvořit prostorovou představu o dislokačním uspořádání. Pro takto detailní popis je potřeba vytvořit fólie nejen z plátků odříznutých podélně s osou zatěžování, ale také z plátku odříznutých kolmo k ose zatěžování a pod úhlem 45° , jako v práci [4]. Aby byl možný takto detailní popis, je nutné určit orientaci osy zatěžování a roviny fólie. Nabízí se otázka, s jakou přesností je možné tyto veličiny určit. Vzhledem k uvedenému postupu (kap.4.4), je nutné zaměřit pozornost na tyto kroky:

- **odříznutí plátku ze vzorku:** Při podélném odříznutí plátku ze vzorku je nutné aby směr rovina řezu byla rovnoběžná s osou zatěžování. Pokud by došlo k nějaké odchylce, pak by plátek nebyl obdélníkového tvaru, ale byl by na jedné straně zúžený. Při nedodržení těchto podmínek může být chyba několik stupňů.
- **broušení plátku:** Pokud nedojde při broušení plátku (nebo následným leptáním) k poškození hrany fólie, pak nevzniká žádná chyba.
- **založení fólie do držáku mikroskopu:** Fólie musí být založena do držáku tak, aby hrana fólie byla rovnoběžná s osou držáku. Založení bylo vždy zdokumentováno digitálním fotoaparátem. Maximální chyba může být jeden stupeň.
- **přesnost stupnice natáčení držáku:** Součástí držáku je goniometr, na jehož stupnici je možné odečítat s přesností půl stupně.
- **určení orientace dle Kikuchiho linií:** Určit orientaci dle významných pólů lze velmi přesně, s tolerancí maximálně půl stupně. Je třeba vhodně zvolit délku kamery.
- **rovinnost fólie:** Během leptání může dojít k ohnutí tenkých okrajů fólie. Při pozorování na TEMu jsou důsledkem zohnuté fólie vidět ohybové kontury, které nelze přehlédnout. Z takto znehodnocených zrn nebyly pořízeny žádné snímky. Je nutné vzít v úvahu způsob leptání, kdy se postupně proleptává díra ve fólii, proto nelze vyloučit chybu v rovinosti fólie, maximálně pět stupňů.

Při dodržení správného postupu by neměla chyba v určení orientace osy zatěžování a roviny fólie být větší než pět stupňů.

6.2 Dislokační uspořádání duplexních ocelí

Dislokační uspořádání v austenitu

Na fólii ze vzorku cyklovaného s $\varepsilon_{ap}=1 \times 10^{-4}$ byly nalezeny převážně planární uspořádání dislokací. Ve většině zrn pozorovaných na fólii ze vzorku cyklovaného s $\varepsilon_{ap}=2 \times 10^{-3}$ měla dislokační uspořádání rovněž planární charakter. Počet aktivních skluzových systémů odpovídá stanoveným Schmidovým faktorům pomocí metody orientovaných fólií. Dislokační struktury při nízké ε_{ap} nebyly zatím v žádné práci pozorovány, proto mohou být porovnány pouze výsledky se vyšší ε_{ap} . Tyto výsledky jsou v souladu s pracemi [15,16,19].

Dislokační uspořádání ve feritu

Ve většině zrn pozorovaných na fólii ze vzorku cyklovaného s $\varepsilon_{ap}=1 \times 10^{-4}$ byly pozorovány pouze volné šroubové dislokace a nakupení hranových dislokací na hranicích zrn. Na fólii ze vzorku cyklovaného s $\varepsilon_{ap}=2 \times 10^{-3}$ byly nalezeny převážně směsi žil a stěn. Opět mohou být

porovnány pouze výsledky se vyšší ε_{ap} . Nalezená dislokační uspořádání se shodují s pracemi [15,16,19].

6.3 Souvislost dislokačních struktur s křivkami cyklického zpevnění-změkčení

Zkušební těleso cyklované s $\varepsilon_{ap}=1 \times 10^{-4}$

Doposud se žádná práce nezabývala souvislostí dislokačních struktur a cyklické plastické odezvy při takto nízké amplitudě plastické deformace. Na obr.48 je vidět, že na této amplitudě plastické deformace v prvních deseti cyklech zatěžování dochází k cyklickému zpevňování oceli. V následujících cyklech ocel změkčuje až do přibližně 5×10^2 cyklů. Toto změkčení lze přisoudit lokalizaci plastické deformace v zrnech austenitu. Vyvíjí se planární dislokační struktura. Zrna feritu mají velice nízkou hustotu dislokací. V průběhu dalších cyklů materiál pozvolna cyklicky zpevňuje až do lomu. Toto cyklické zpevnění je možné spojit s rostoucí cyklickou plastickou deformací zrn austenitu, kdy husté pásy dislokací v austenitu provokují na hranicích sousedních zrn feritu nakupení hranových dislokací, tzv. „pile-up“, jako je uvedeno na obr.P7. Pro úplné vysvětlení je potřeba dalšího studia dislokačních uspořádání v průběhu cyklování na dané amplitudě plastické deformace a jejich statistické zpracování.

Zkušební těleso cyklované s 2×10^{-3}

Z křivky cyklického změkčení-zpevnění na obr.48 je možné vyčíst, že během prvních 80 cyklů dochází k mírnému cyklickému zpevnění. Během dalších cyklů, až do lomu, dochází k postupnému cyklickému změkčování. Počáteční zpevnění souvisí s budováním dislokačních struktur ve všech zrnech obou fází. Tvorba planární struktury v austenitu a tvorba žilové struktury ve feritu. Cyklické změkčení je způsobeno lokalizací cyklické plastické deformace v obou fázích, které může odpovídat rozdílná dislokační struktura. V austenitu to mohou být planární a pásová žilová dislokační struktura s náznakem stěn, obr.P3. Ve feritu to může být stěnová dislokační struktura mezi žilami, obr.P8. Stěny mají různou podobu uspořádání s ohledem na možnosti skluzu po jiných skluzových rovinách než typu $\{101\}$.

7. Závěr

Tato práce se zabývala využitím metody orientovaných fólií v transmisní elektronové mikroskopii, která byla využita k identifikaci dislokačních struktur cyklicky zatěžované austeniticko-feritické korozivzdorné oceli, včetně jejich vztahu k ose zatěžování, tedy k určení typu aktivních skluzových systémů. Výsledky tohoto studia lze shrnout do následujících bodů:

1. Byla podrobně popsána a zdokumentována a prakticky provedena metoda orientovaných fólií. Její hlavní přínos je v určení řezu dislokační strukturou (tzn. její identifikace), stanovení osy zatěžování jednotlivých zrn a výpočet Schmidových faktorů aktivních skluzových systémů.
2. Dislokační struktury pozorované v austenitu po cyklické deformaci pro obě ε_{ap} byly převážně planárního charakteru.
3. Ve feritických zrnech byla dislokační struktura po cyklické deformaci rozdílná pro obě ε_{ap} . Pro malou amplitudu $\varepsilon_{ap}=1 \times 10^{-4}$ byla tvořena volnými šroubovými dislokacemi a nakupeními hranových dislokací na hranicích zrna. Pro vyšší $\varepsilon_{ap}=2 \times 10^{-3}$ byla tvořena směsí žil a stěn.

8. Seznam použitých zdrojů

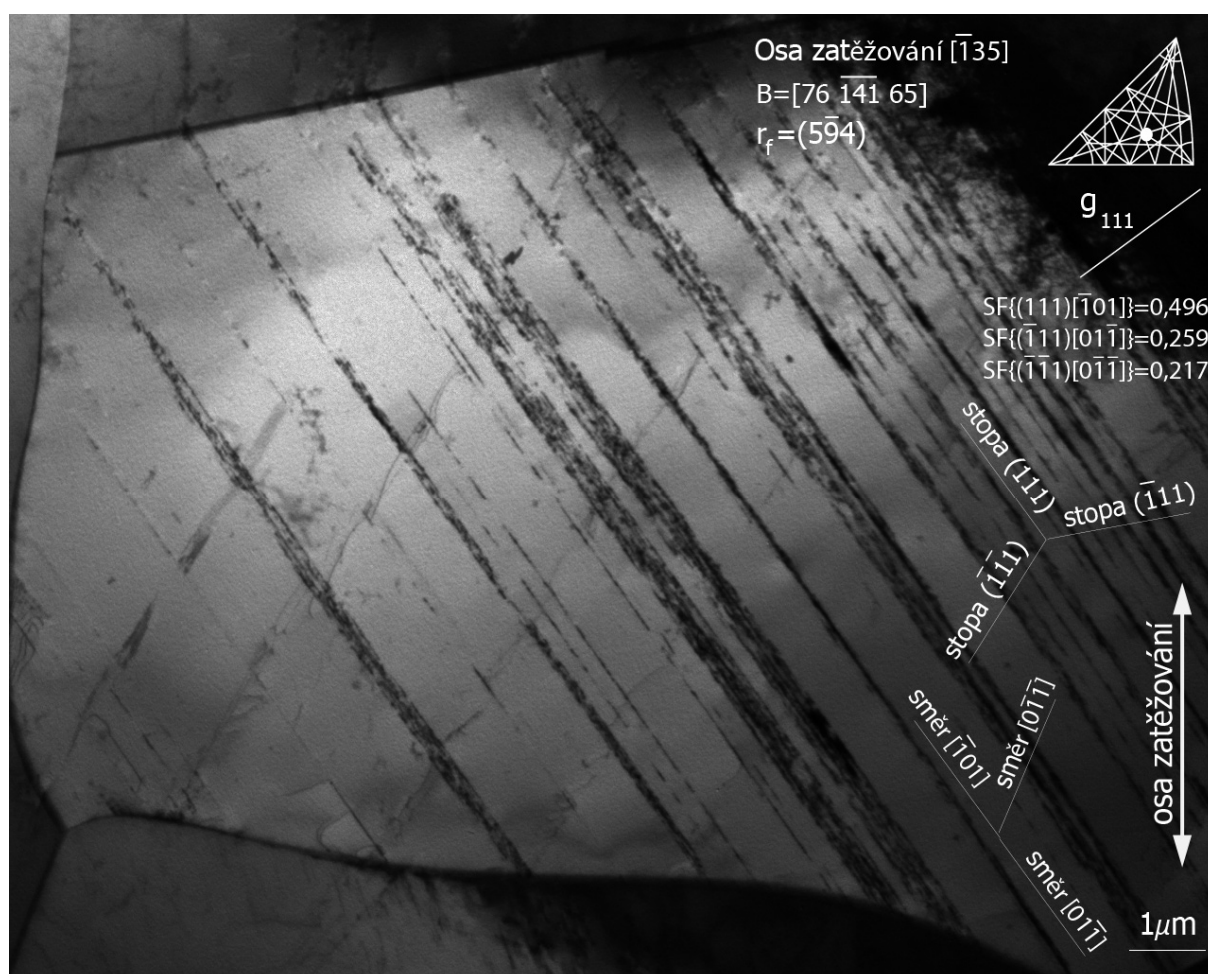
- [1] VĚCHET, Stanislav, KOHOUT, Jan, BOKŮVKA, Otakar. *Únavové vlastnosti tvárné litiny*. 1. vyd. Žilina: EDIS, 2001. 157 s. ISBN 80-7100-910-5.
- [2] KLESNIL, Mirko, LUKÁŠ, Petr, POLÁK, Jaroslav, et. al. *Cyklická deformacia a únava kovov*. Bratislava: VEDA, 1987.
- [3] POKLUDA, Jaroslav, KROUPA, František, OBDRŽÁLEK, Ladislav. *Mechanické vlastnosti a struktura pevných látek*. 1. vyd. Brno: PC-DIR spol. s r. o., 1994. 385 s. ISBN 80-214-0575-9
- [4] KRUMML, Tomáš. *Dislokační struktury cyklicky deformovaných materiálů*. Kandidátská dizertace, ÚFM AV ČR Brno: 1995.
- [5] KRUMML, Tomáš MICHEL, Jean-Pierre. *Úvod do teorie dislokací*. Učební pomůcka VUT-FSI, Brno: 2008. 57 s.
- [6] KROUPA, F. a kol. *Dislokace v pevných látkách, Pokroky fyziky pevných látek VI*. Praha: Nakladatelství Československé akademie věd, 1961.
- [7] KLESNIL, Mirko, LUKÁŠ, Petr. *Fatigue of Metallic Materials*. Praha: Academia, 1992.
- [8] POLÁK, Jaroslav. *Cyclic Plasticity and Low Cycle Fatigue Life of Metals*. Praha: Academia, 1991. 316 s.
- [9] OBRTLÍK, Karel, POLÁK, Jaroslav, KOMŮRKA, J. *Scripta Met.* 28. 1993, 495 s.
- [10] MUGHRABI, H. In: *Dislocations and Properties of Real Materials, Book No. 323*. London: The Institute of Metals, 1985, 244 p.
- [11] LAIRD, C., BUCHINGER, L. *Met. Trans.* 16A. 1985, 2201 p.
- [12] LAIRD, C., CHARLESLEY, P., MUGHRABI, H. *Mater. Sci. Eng.* 81. 1986, 433 p.
- [13] SHIBATA, K., KISHIMOTO, Y., NAMURA, N., FUJITA, T. *Spec. Tech. Testing Pub.* 1985, 857 p.
- [14] KRUMML, Tomáš, POLÁK, Jaroslav, OBRTLÍK, Karel, DEGALLAIX, Susan. *Acta Metall.* 45. 1997, 5145.
- [15] POLÁK, Jaroslav, KRUMML, Tomáš, DEGALLAIX, Susan. Dislocation Substructure in Fatigued Duplex Stainless Steel. *Scripta Metallurgica et Materialia*. 1993, vol.29, pp. 1553-1558.
- [16] KRUMML, Tomáš, POLÁK, Jaroslav, OBRTLÍK, Karel, DEGALLAIX, Susan. Dislocation Structures in the Bands of Localised Cyclic Plastic Strain in Austenitic 316L and Austenitic-Ferritic Duplex Stainless Steels. *Acta Mater.* 1997, vol.45, no.12, pp. 5145-5151.
- [17] ALVAREZ-ARMAS, I., MARINELLI, M.C., MALARRÍA, J.A., DEGALLAIX, Susan, ARMAS, A.F., Microstructure Associated with Crack Initiation During Low-Cycle Fatigue in a Low Nitrogen Duplex Stainless Steels. *International Journal of Fatigue* 29. 2007, pp. 758-764.

- [18] MARINELLI, M.C., DEGALLAIX, Susan, ALVAREZ-ARMAS, I. Dislocation Structure Developed in the Austenitic-Phase of SAF 2507 Duplex Stainless Steels. *Material Science & Engineering*. 2006, pp. 305-308.
- [19] ALVAREZ-ARMAS, I., MARINELLI, M.C., HERENÚ, S., DEGALLAIX, Susan, ARMAS, A.F., On the Cyclic Softening Behavior of SAF 2507 Duplex Stainless Steels. *Acta Materialia*. 2006, pp. 5041-5049.
- [20] PETRENEC, Martin, AUBIN, V., POLÁK, Jaroslav, DEGALLAIX, Susan. Dislocation Structures of Duplex Stainless Steels in Uniaxial and Biaxial Cyclic Loading. *Material Science Forum*. 2005, vol.482, pp. 179-182.
- [21] KUOKKALA, Veli-Tapani. *Elektron Microscopy II: Transmission Elektron Microscopy and Elektron Diffraction*. Tampere: Tampere University of Technology, Centre for Elektron Microscopy, 1996. 86 p. FIN-33101.
- [22] MACEK, Karel, PLUHAŘ, Jaroslav. *Metody studia struktury kovů*. Praha: Ediční středisko ČVUT, 1984. 80 s.
- [23] POLÁK, Jaroslav, PETRENEC, Martin, KRUMML, Tomáš. Cyclic Plastic Response and Fatigue Life in Superduplex 2507 Stainless Steel, *International Journal of Fatigue*, 2009, in print.
- [24] OBRTLÍK, Karel, KRUMML, Tomáš, POLÁK, Jaroslav. *Mater. Sci. Eng.* A187, 1994, 1.

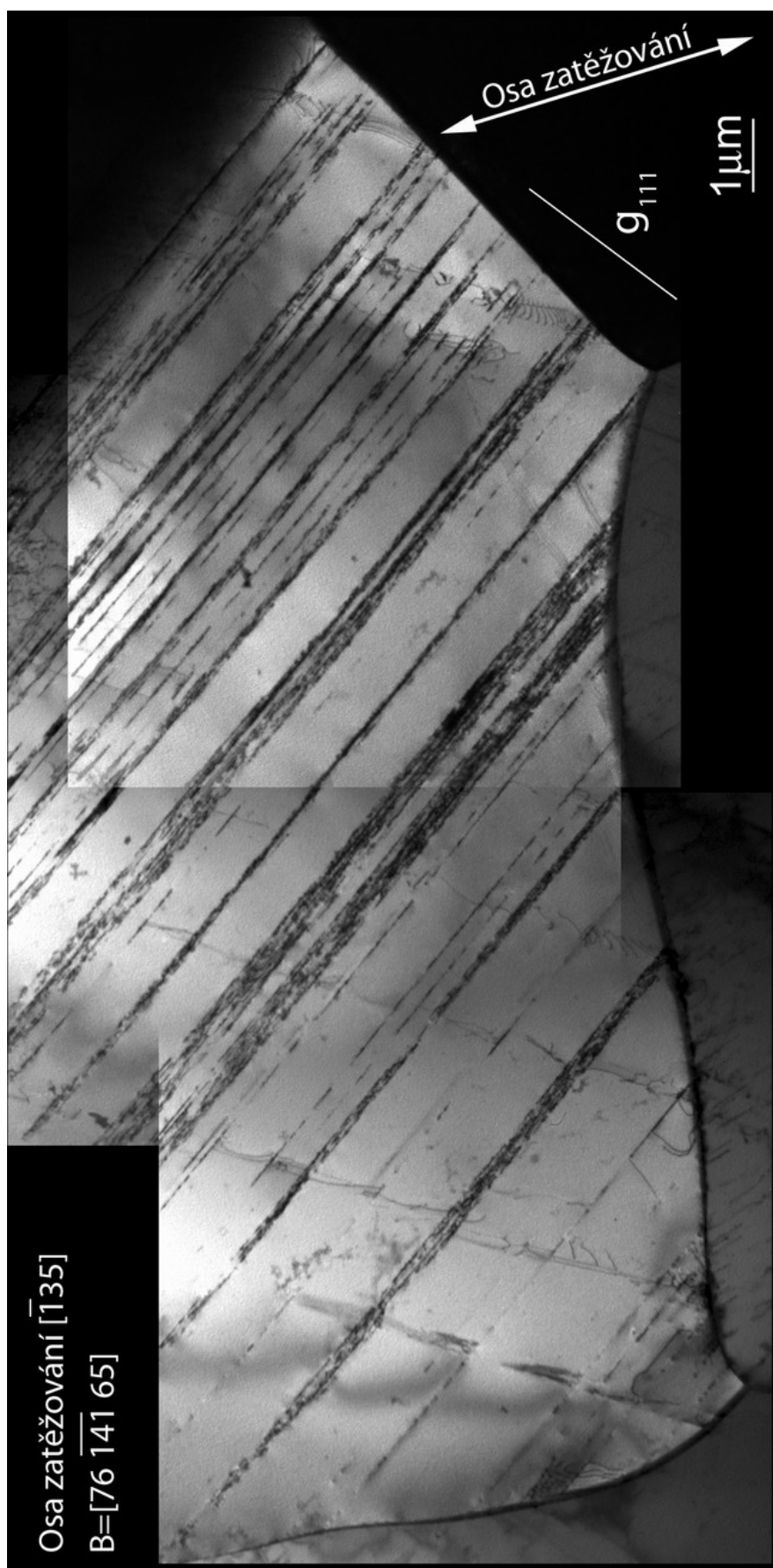
Seznam příloh

- Obr.P1 - Planární dislokační struktura v austenitickém zrně, \vec{g}_{111} , $\epsilon_{ap}=1 \times 10^{-4}$.
- Obr.P2 - Planární dislokační struktura v austenitickém zrně, detail z obr.P1, spodní část zrna, \vec{g}_{111} , $\epsilon_{ap}=1 \times 10^{-4}$.
- Obr.P3 - Planární dislokační struktura v austenitickém zrně, \vec{g}_{111} , $\epsilon_{ap}=2 \times 10^{-3}$.
- Obr.P4 - Planární dislokační struktura v austenitickém zrně, detail z obr.P3, pravý dolní roh, \vec{g}_{111} , $\epsilon_{ap}=2 \times 10^{-3}$.
- Obr.P5 - Planární dislokační struktura v austenitickém zrně, detail z obr.P3, pravý dolní roh, \vec{g}_{111} , $\epsilon_{ap}=2 \times 10^{-3}$.
- Obr.P6 - Zrno feritu s volnými dislokacemi a nakupeními hranových dislokací, $\vec{g}_{\bar{1}\bar{1}1}$, $\epsilon_{ap}=1 \times 10^{-4}$.
- Obr.P7 - „Pile-up“ na hranici zrna feritu, detail z obr.P6, $\epsilon_{ap}=1 \times 10^{-4}$.
- Obr.P8 - Směs žil a stěn v zrně feritu, \vec{g}_{001} , $\epsilon_{ap}=2 \times 10^{-3}$.
- Obr.P9 - Směs žil a stěn v zrně feritu, detail z pravé části obr.P8, \vec{g}_{001} , $\epsilon_{ap}=2 \times 10^{-3}$.
- Obr.P10 - Směs žil a stěn v zrně feritu, detail z pravé části obr.P8, $\vec{g}_{\bar{1}\bar{1}0}$, $\epsilon_{ap}=2 \times 10^{-3}$.
- Obr.P11 - Směs žil a stěn v zrně feritu, detail z pravé části obr.P8, $\vec{g}_{\bar{1}01}$, $\epsilon_{ap}=2 \times 10^{-3}$.

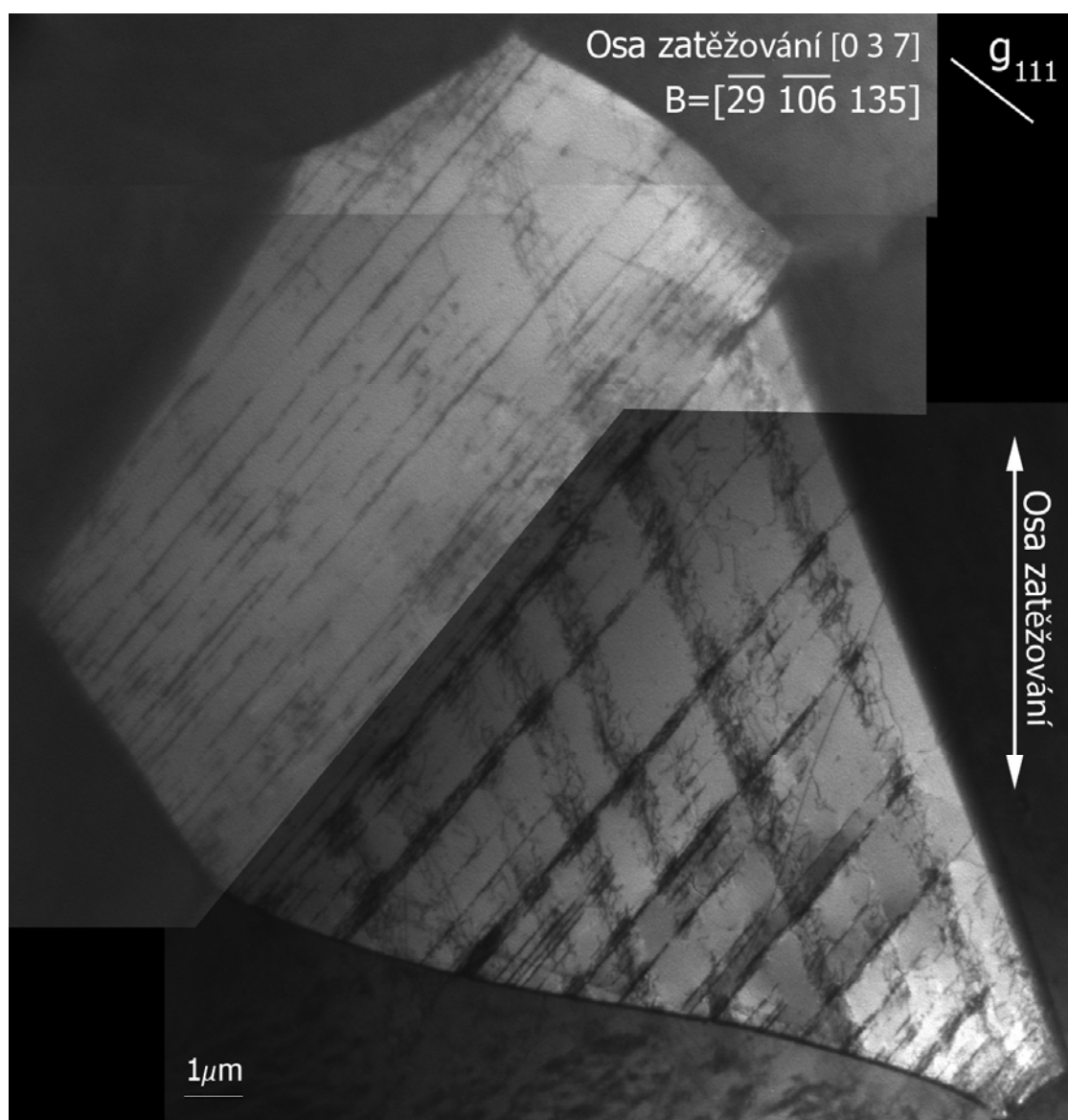
Přílohy



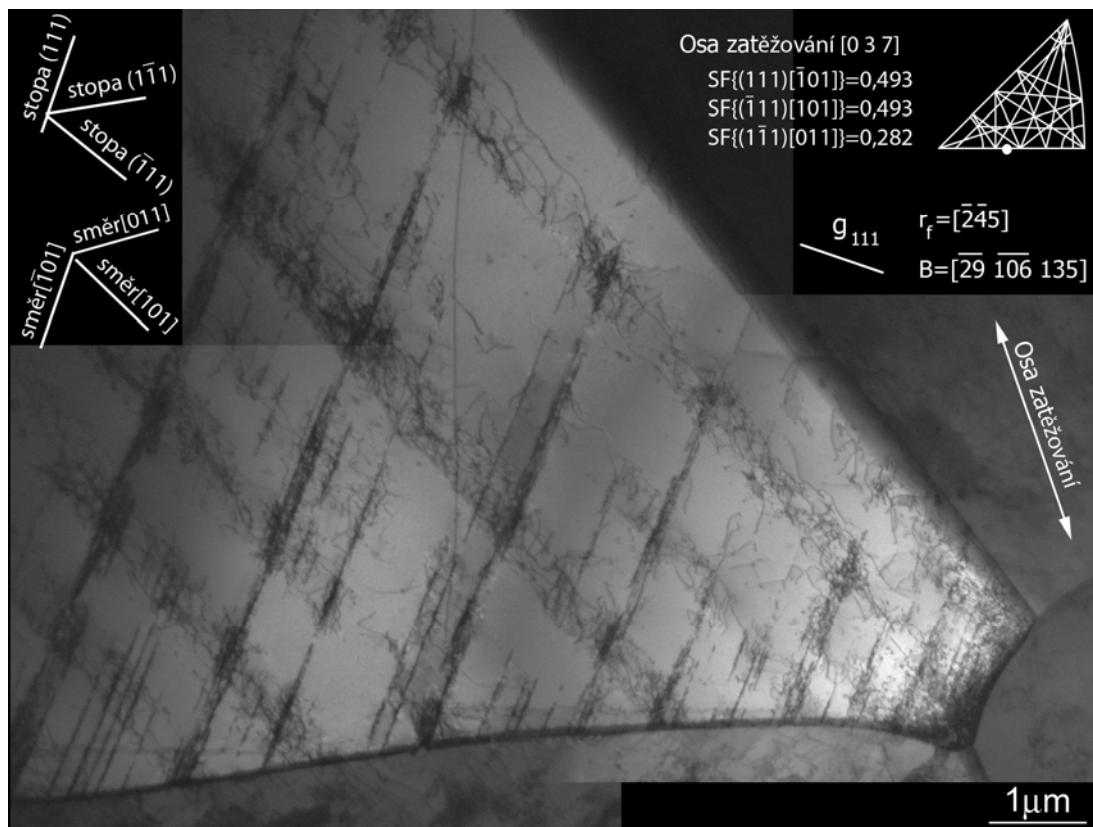
Obr.P1- Planární dislokační struktura v austenitickém zrně, \vec{g}_{111} , $\epsilon_{ap}=1 \times 10^{-4}$.



Obr.P2- Planární dislokační struktura v austenitickém zrna, detail z Obr.P1, spodní část zrna, \vec{g}_{111} , $\epsilon_{ap}=1 \times 10^{-4}$.



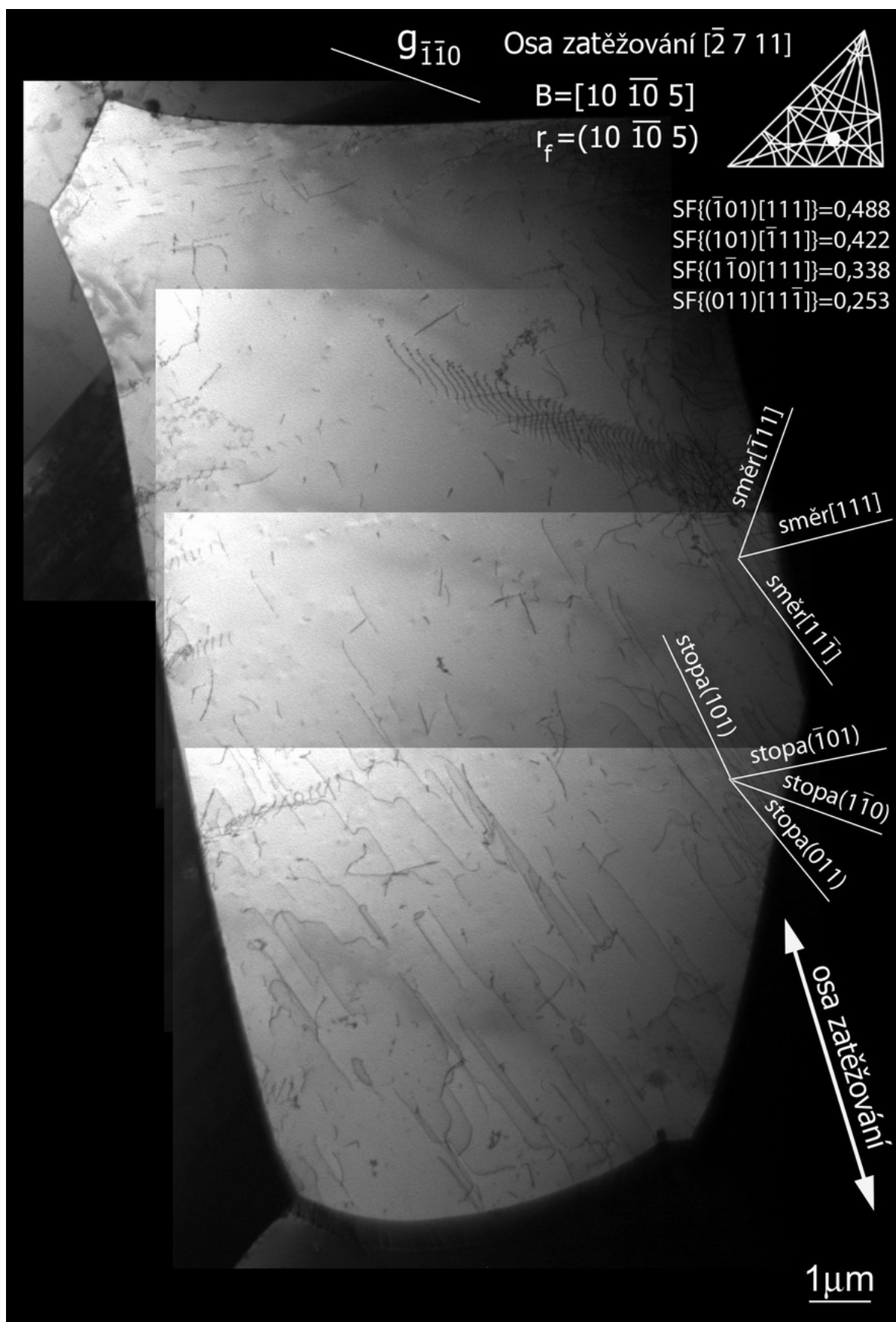
Obr.P3- Planární dislokační struktura v austenitickém zrna, \vec{g}_{111} , $\epsilon_{ap}=2 \times 10^{-3}$.



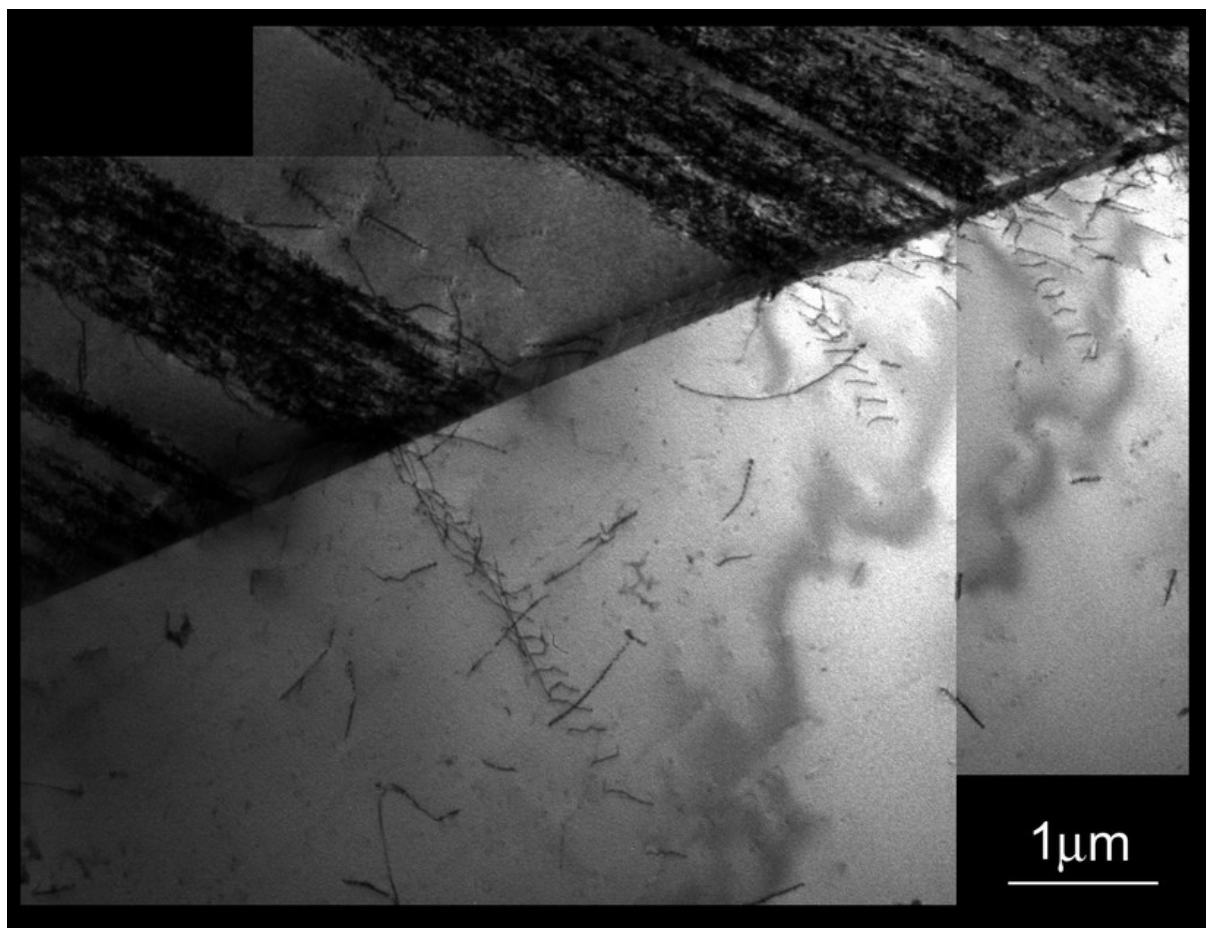
Obr.P4- Planární dislokační struktura v austenitickém zrna, detail z Obr.P3, pravý dolní roh, \vec{g}_{111} , $\epsilon_{ap}=2 \times 10^{-3}$.



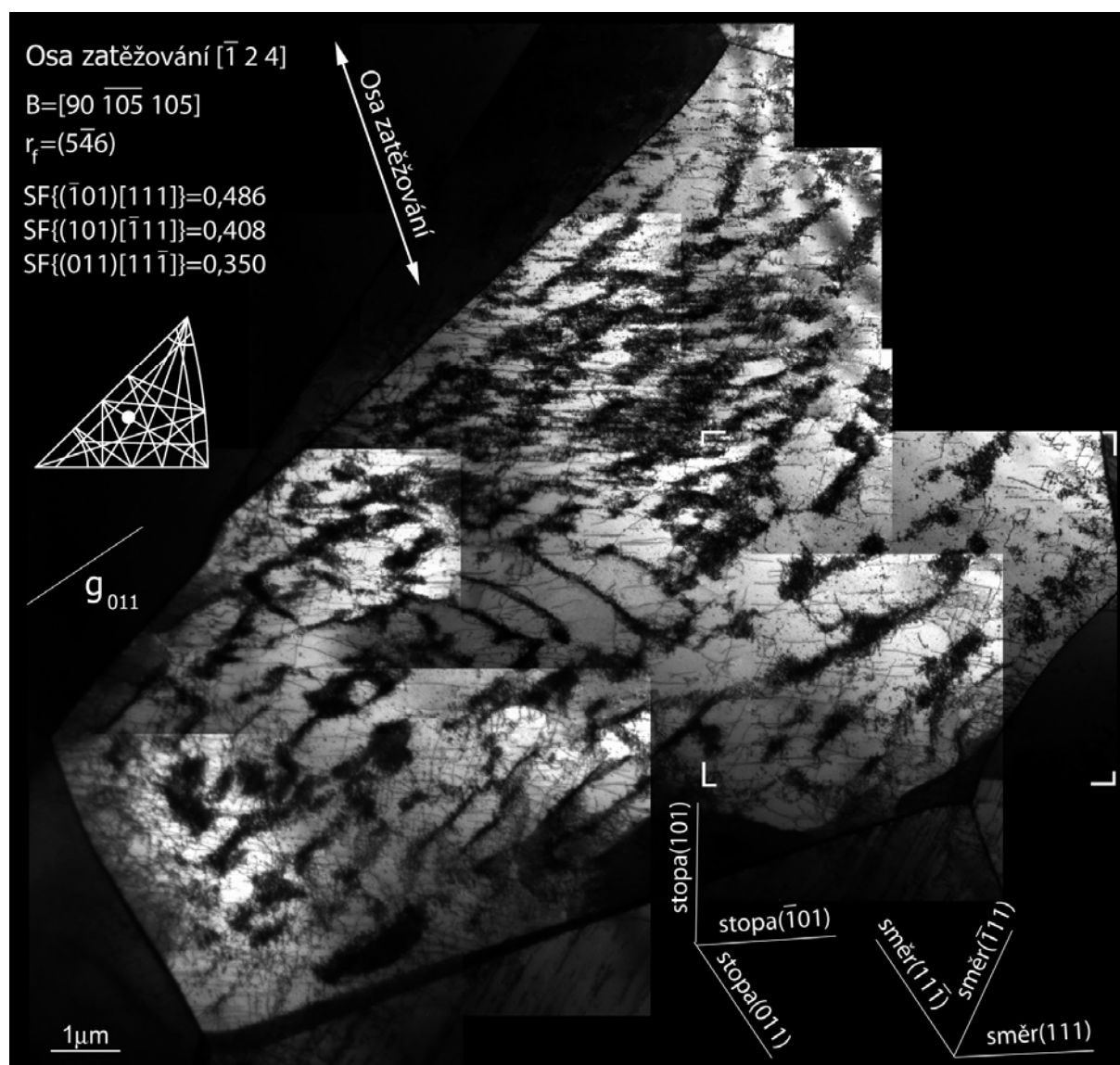
Obr.P5- Planární dislokační struktura v austenitickém zrna, detail z Obr.P3, pravý dolní roh, \vec{g}_{111} , $\epsilon_{ap}=2 \times 10^{-3}$.



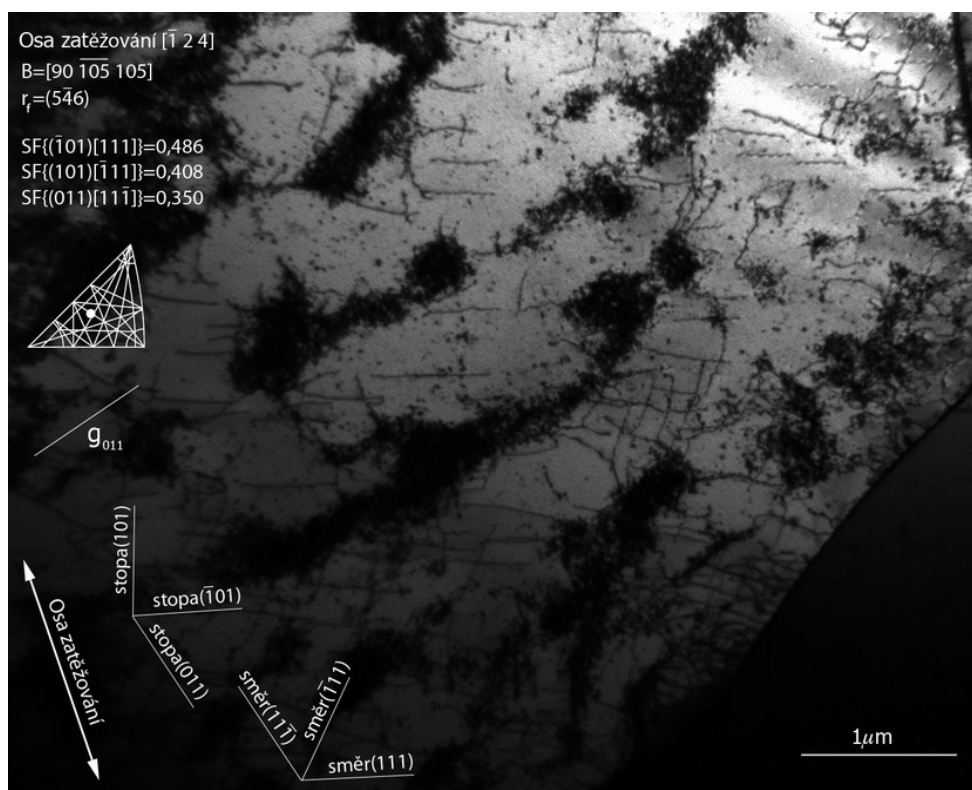
Obr.P6 – Zrno feritu s volnými dislokacemi a s nakupeními hranových dislokací, $\vec{g}_{\bar{1}\bar{1}1}$, $\epsilon_{ap} = 1 \times 10^{-4}$.



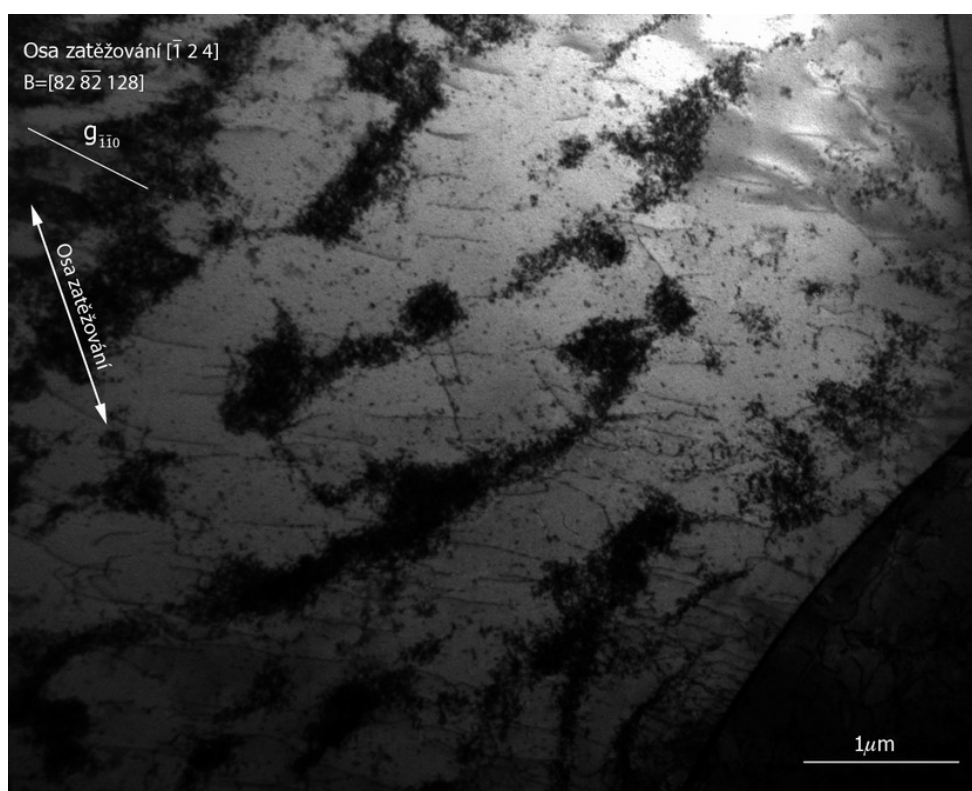
Obr.P7 – „Pile-up“ na hranici zrna feritu, detail z Obr.P6, $\epsilon_{ap}=1 \times 10^{-4}$.



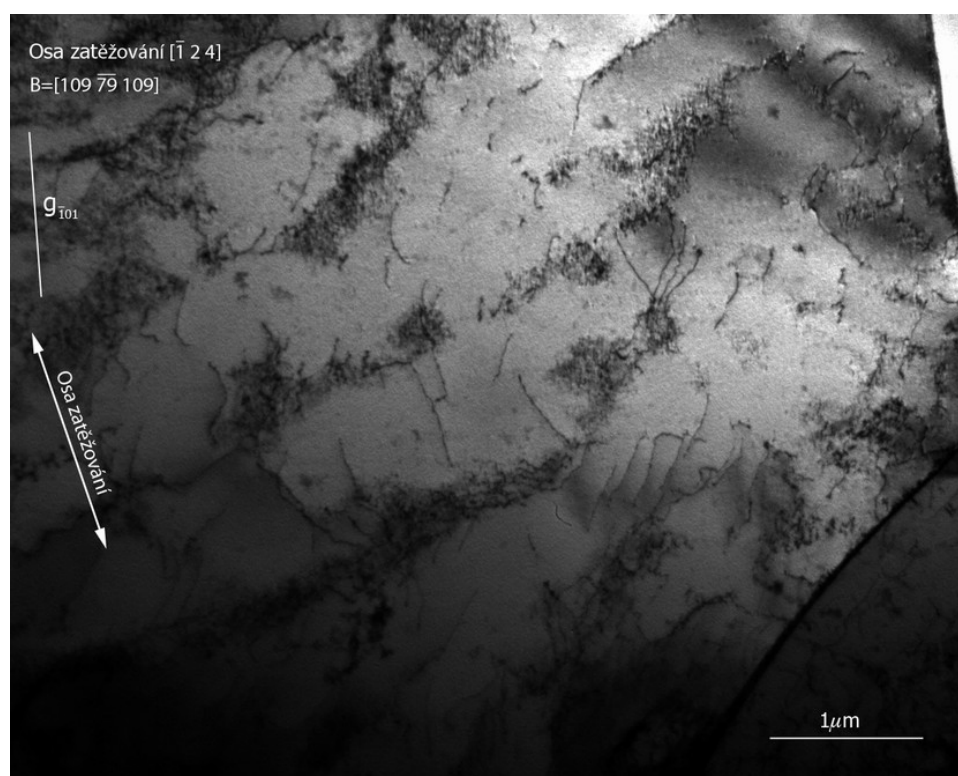
Obr.P8 – Směs žil a stěn v zrně feritu, \vec{g}_{001} , $\epsilon_{ap} = 2 \times 10^{-3}$.



Obr.P9 – Směs žil a stěn v zrně feritu, detail z pravé části obr.P8, \vec{g}_{001} , $\epsilon_{ap}=2 \times 10^{-3}$.



Obr.P10 – Směs žil a stěn v zrně feritu, detail z pravé části obr.P8, \vec{g}_{110} , $\epsilon_{ap}=2 \times 10^{-3}$.



Obr.P11 – Směs žil a stěn v zrně feritu, detail z pravé části obr.P8, \vec{g}_{101}^- , $\epsilon_{ap}=2\times 10^{-3}$.